

# ENCYCLOPÉDIE CHIMIQUE

PUBLIÉE SOUS LA DIRECTION DE

**M. FREMY**

Membre de l'Institut, professeur à l'École polytechnique, directeur du Muséum  
Membre du Conseil supérieur de l'instruction publique

PAR UNE RÉUNION

D'ANCIENS ÉLÈVES DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE, DE PROFESSEURS ET D'INDUSTRIELS

ET NOTAMMENT DE

MM. ARSON et AUDOUIN, ing. en chef des travaux chimiques à la Compagnie parisienne du gaz  
H. BECQUEREL, répétiteur à l'École polytechnique; BERTHELOT, sénateur, membre de l'Institut  
BOUILLET, ingénieur directeur de la maison Christaphle  
M. BOURGEOIS, préparat. du cours de chimie organique au Muséum; BOURGOIN, profès. à l'École de pharmacie  
CAMUS, directeur de la Compagnie du gaz; AN. CARNOT, directeur des études de l'École des Mines;  
CHASTAING, pharmacien en chef de la Pharm. CLÈVE, prof. à l'Université d'Upsal; CH. CLOEZ, répét. à l'École polytechnique  
CUMENG, ingénieur en chef des mines; CURIE (J.), maître de souffleries à la Faculté des sciences de Montpellier  
DEBIZE, ing. en chef des manuf. de l'État; DEBRAY, membre de l'Institut; DECAUX, direct. des teintures des manuf. de l'École  
DERÉRAIN, professeur au Muséum; DITTE, professeur à la Faculté des sciences de Caen  
DUBREUIL, président de la chambre de commerce à Limoges; DUCLAUX, professeur à l'Institut agronomique  
DUQUESNAY, ingénieur des manufactures de l'État; EUVERTE, directeur des forges de Terre-Neuve  
DR FORCRAND, docteur ès-sciences; GAUDIN, ancien élève de l'École polytechnique, professeur de chimie  
GIBARD, dir. du laboratoire municipal; L. GRUNER, inspecteur général des mines  
HENRIVAUX, direct. de la manuf. de glaces de St-Gobain; JOANNIS, doct. ès-sciences; JOLY, maître de conf. à la Sorbonne  
JOLIS, pharmacien en chef de l'hospice Dubouché; JUNGFLISCH, professeur à l'École de pharmacie  
KOLB, administrateur de la Société des manufactures des produits chimiques du Nord  
LEMOINE, ingénieur en chef des ponts et chaussées, répétiteur à l'École polytechnique  
LEIDIE, pharm. en chef de l'hôpital Necker; LODIN, ing. des Mines; MALLARD, prof. à l'École des mines  
MARGOTTET, prof. à la fac. des sc. de Dijon; MARGUERITE, président du conseil d'administ. de la Cie paris. du gaz  
MARGUIN, ancien élève de l'École polytechnique; MATHEY, directeur des bouilleries de Bismar  
MEUNIER (STANISLAS), aide naturaliste au Muséum; MOISSAN, agrégé à l'École de pharmacie  
MOUTIER, examinateur de sortie à l'École polytechnique; NIVOIT, professeur à l'École des ponts et chaussées  
ODENT, anc. élève de l'École polytechnique; OGIER, directeur du laboratoire de toxicologie à la préfecture de police  
PABST, chimiste principal du labor. municipal; PARMENTIER, profès. à la faculté des sciences de Montpellier  
PÉCHINEY, directeur des usines de prod. chim. du Midi; PERSOZ, directeur de la condition des soies  
POMMIER, industriel; PRUNIER, prof. à l'École de pharmacie; RIBAN, direct. du labor. de chimie à la Sorbonne  
SABATIER, professeur à la Faculté des sciences de Toulouse; SARRAU, professeur à l'École polytechnique  
SCHLAGDENHAUFFEN, prof. à la Faculté de médecine de Nancy; SCHLESING, prof. au Conserv. des arts et métiers  
SOREL, anc. ing. des manufactures de l'État; TERBEIL, aide naturaliste au Muséum  
TERQUEM, professeur à la Faculté de Lille; URBAIN, répét. à l'École centrale des arts et manufactures  
VERNEUIL, prof. de chimie; VIELLE, ingénieur des poudres et salpêtres; VILLIERS, agrégé à l'École de pharmacie  
VINCENT, professeur à l'École centrale; VIOLLE, professeur à la Faculté des sciences de Lyon  
et WELDON, membre de la Société royale de Londres, etc., etc.



## DEUXIÈME SECTION. — CHIMIE ORGANIQUE

### TOME X. — APPLICATIONS

4<sup>e</sup> fascicule. — Industrie des produits ammoniacaux

Par **M. CAMILLE VINCENT**

Professeur à l'École centrale des Arts et Manufactures

PARIS

DUNOD, ÉDITEUR

LIBRAIRE DES CORPS NATIONAUX DES PONTS ET CHAUSSÉES, DES CHEMINS DE FER  
DES MINES ET DES TÉLÉGRAPHES

49. Quai des Augustins, 49

1884

Droits de traduction et de reproduction réservés

EC. PH. CH. I.E

31 JUIL 84

BIBLIQUE

# INDUSTRIE

## DES PRODUITS AMMONIACAUX

Par M. Camille VINCENT

---

### CHAPITRE PREMIER

#### GÉNÉRALITÉS

##### § 1. — SOURCES DIVERSES DE PRODUITS AMMONIACAUX.

L'azote à l'état de sel ammoniacal, ou à l'état d'azotate, concourt à la nutrition des végétaux.

Les plantes servent à transmettre cet azote aux organes des animaux pour former des composés d'un ordre élevé. Soumises à l'action d'une haute température, ou simplement abandonnées à la fermentation putride, les matières organiques azotées produisent de l'ammoniaque qu'il est facile de recueillir.

L'organisme des plantes et des animaux constitue donc la source naturelle des produits ammoniacaux.

Les déjections de l'homme et des animaux, qui sont riches en matières azotées, permettent également d'obtenir l'ammoniaque en abondance, pour les besoins de l'agriculture et de l'industrie.

Jusqu'à la fin du siècle dernier, on n'employait en Europe qu'une quantité peu importante d'ammoniaque venant de l'Inde et de l'Egypte, à l'état de chlorhydrate et de carbonate.

On recevait le chlorhydrate d'ammoniaque brut, ou *sel ammoniac*, résultant de la combustion de la fiente des animaux nourris de plantes salées, et notamment des chameaux. Les populations pauvres des bords du Nil récoltaient cette fiente, la faisaient sécher au soleil pour l'utiliser comme combustible pendant l'hiver. La suie abondante provenant de ces matières était récoltée et soumise à une sublimation lente, dans des matras en verre.

On obtenait ainsi des pains de sel ammoniac impur, coloré en gris par des produits empyreumatiques, qui étaient livrés au commerce.

Cette fabrication primitive n'existe plus, depuis que l'industrie a exploité des sources plus abondantes d'ammoniaque, et qu'elle a su mettre en œuvre des procédés simples et économiques pour préparer les sels ammoniacaux dans un plus grand état de pureté.

La fermentation des déjections humaines; la calcination des matières animales; la distillation de la houille, sont les sources principales auxquelles l'agriculture et l'industrie viennent aujourd'hui puiser l'énorme quantité de produits ammoniacaux dont elles ont besoin<sup>1</sup>.

On en extrait aussi une certaine quantité des eaux des Lagoni de la Toscane, et des produits de la distillation des vinasses de betteraves, mais ces productions sont jusqu'ici limitées.

L'augmentation de la consommation de l'ammoniaque, a fait doubler sa valeur depuis une vingtaine d'années; dans ces derniers temps surtout, la fabrication de la soude par le procédé à l'ammoniaque a notablement contribué à accentuer cette plus-value. Il ressort, en effet, d'un savant travail de M. Walter Weldon sur l'industrie de la soude, qu'on fabrique annuellement 163 000 tonnes de soude par ce procédé, qui nécessitent 9000 tonnes de sulfate d'ammoniaque.

Malgré l'extension considérable de cette fabrication de la soude, qui ne fera que s'accroître encore, on peut être assuré que le prix de l'ammoniaque, loin d'augmenter, ne peut que diminuer maintenant, grâce aux efforts qui viennent d'être faits tout récemment, pour recueillir les quantités énormes d'ammoniaque qui étaient perdues jusqu'ici.

Depuis quelques années déjà, M. Carvès a installé en France, et plus récemment en Angleterre, des fours à coke permettant, tout en donnant du coke de bonne qualité, de recueillir le goudron et l'eau ammoniacale.

Il y a des fours de ce genre à Tamaris, à Terre-Noire et à Bessèges, qui produisent ensemble environ 500 tonnes de coke par jour, en fournissant 6 tonnes de goudron et 2 à 2,5 tonnes de sulfate d'ammoniaque.

Ce mode de fabrication n'a pas pris en France l'extension qu'on était en droit d'espérer, quoiqu'il ait donné des résultats satisfaisants.

Dans ces derniers temps, M. John Jameson, de Newcastle-on-Tyne, a imaginé un procédé de condensation applicable, à peu de frais, aux fours à coke existants. Ce nouveau procédé fonctionne depuis bientôt un an, dans les usines de M. Hugh Lee Pattinson, à Pelling, et donne des résultats très satisfaisants.

On obtient ainsi 5<sup>ka</sup>,400 environ de sulfate d'ammoniaque par tonne de houille de Northumberland; et l'on a tout lieu d'espérer, que ce rendement s'accroîtra avec la perfection des appareils.

Le rendement en coke, ainsi que sa qualité, ne sont d'ailleurs nullement influencés par le nouveau procédé, qui devra bientôt être adopté par un grand nombre de fabricants.

En même temps qu'en Angleterre on s'occupe de recueillir l'ammoniaque des

1. D'après les documents publiés en 1882, on produit, dans le Royaume-Uni, 1 million de tonnes par an d'eaux ammoniacales, provenant de la distillation de 9 millions de tonnes de houille; on estime qu'on retire de ces produits bruts environ 25 000 tonnes de sulfate d'ammoniaque.

La Compagnie parisienne du gaz seule a distillé 927 104 tonnes de houille en 1882.

fours à coke, on a entrepris, en Écosse, de condenser l'ammoniaque des hauts fourneaux marchant à la houille.

Cette idée est due à M. William Ferrie; elle est appliquée depuis peu, à deux des seize hauts fourneaux de Gartsherrie, et bientôt elle le sera aux autres.

La quantité d'ammoniaque recueillie journellement à Gartsherrie, représente 900 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque, correspondant à 9 kilogrammes par tonne de houille consommée.

La décomposition de la houille s'effectue dans ces conditions, à une température intermédiaire entre celle des fours à coke, et celle des cornues à gaz.

Les résultats obtenus à Gartsherrie, ont engagé d'autres usines à chercher la solution de cette même question, par des moyens différents.

On peut donc espérer que les cent vingt hauts fourneaux d'Écosse, qui marchent à la houille, seront, dans un avenir prochain, munis d'appareils pour la condensation de l'ammoniaque.

Chacun de ces cent vingt hauts fourneaux consomme 50 tonnes de houille par jour; la consommation totale annuelle est de 2 190 000 tonnes, qui permettraient d'obtenir environ 20 000 tonnes de sulfate d'ammoniaque, représentant au moins 10 000 000 de francs.

Cette énorme quantité d'ammoniaque ne représente guère que le dixième de celle qu'on pourrait obtenir, avec les produits des fours à coke de l'Angleterre, dans lesquels on transforme annuellement 20 000 000 de tonnes de houille; en effet, en admettant le rendement de 9 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque par tonne, déjà obtenu à Gartsherrie, on recueillerait ainsi 180 000 tonnes de ce produit.

On voit, par cet aperçu, que la consommation de l'ammoniaque peut être augmentée dans une forte proportion, plusieurs fois décuplée même, sans que l'industrie ait à craindre de voir ce produit lui faire défaut, et arrêter son développement.

Ajoutons encore que la combustion de la houille dans tous les foyers constitue à elle seule la source la plus importante d'ammoniaque qui pourrait être exploitée, au moins dans le plus grand nombre des usines, et qui l'est d'ailleurs déjà dans quelques-unes.

Indépendamment de ces sources diverses d'ammoniaque, on a cherché depuis longtemps à produire cette matière au moyen de l'azote atmosphérique.

Nous ne rappellerons pas ici les nombreuses et savantes recherches faites à ce sujet, et les résultats fort intéressants qui ont déjà été obtenus; mais, quoique cette question ne soit pas encore résolue au point de vue industriel, on peut prévoir qu'elle le sera un jour peut-être, car de savants et patients chercheurs y travaillent avec ardeur.

La production de l'ammoniaque serait alors illimitée, au grand profit de l'agriculture et de l'industrie.

## § II. — L'URINE DE L'HOMME AU POINT DE VUE DE LA PRODUCTION DE L'AMMONIAQUE.

Les reins des mammifères sécrètent d'une façon continue un liquide, l'urine, qui se rassemble dans la vessie, pour être ensuite expulsé de l'organisme.

Ce liquide est essentiellement un produit d'excrétion, renfermant des matières minérales et organiques en dissolution dans l'eau, dont les glandes rénales déchargent sans cesse le sang.

On y rencontre en plus forte proportion : l'urée, le sel marin et les phosphates terreux.

L'urée est le terme ultime de l'oxydation des matières azotées de l'économie ; ces matières paraissent se dédoubler en produits exempts d'azote, tels que le glycogène, l'inosite, la cholestérine ; et en produits azotés, tels que l'urée, la créatinine, la xanthine, l'acide urique, qui se retrouvent dans tous les tissus, et qui sont susceptibles de se transformer en urée, par dédoublement et par oxydation. L'urée est emportée par la circulation dans le sang, et est sans cesse rejetée par les reins.

L'urine sécrétée par l'homme en santé, est un liquide limpide, jaune, légèrement ambré, dont la densité varie de 1005 à 1030, mais plus généralement de 1015 à 1025 ; elle a une saveur amère, salée et acidule, qui est due surtout au sel marin et à l'urée, et elle présente une odeur particulière faible.

L'urine a généralement une réaction acide, mais elle peut être neutre et même alcaline.

Elle renferme toutes les substances minérales et organiques absorbées en excès, qui ont été rendues par cela même inassimilables, et tous les produits de la désassimilation des tissus. On y trouve, à côté de l'urée et du sel marin, de petites quantités d'acide urique, d'acide hippurique, de créatinine, de xanthine, de matières colorantes et des matières extractives mal déterminées ; comme produits minéraux, des sulfates alcalins, des phosphates alcalins et terreux, enfin une trace de silice.

Le tableau suivant donne la composition moyenne de l'urine normale d'un homme adulte du poids de 65 kilogrammes, prenant une alimentation normale et faisant un exercice modéré :

NOMS DES SUBSTANCES		QUANTITÉS moyennes sécrétées par jour.	QUANTITÉS moyennes par kilogramme d'urine.
<i>Ecu.</i>			
Par jour, 1258 <sup>gr</sup> ,07. Par kilogramme d'urine, 952 <sup>gr</sup> ,56.)	Eau. . . . .	1258,07	952,560
<i>Matières organiques.</i>	Urée . . . . .	51,550	24,270
	Acide urique. . . . .	0,520	0,400
	— hippurique. . . . .	1,300	1,000
	Créatinine, créatine. . . . .	1,300	1,000
	Xanthine . . . . .	0,006	0,004
	Matières extractives et colo- rantes. . . . .	7,065	5,440
	Acides gras. . . . .	traces	traces
	Glucose . . . . .		
<i>Matières minérales.</i>	Phénol . . . . .		
	Mucine . . . . .		
	Chlorure de sodium. . . . .	13,500	10,231
	Sulfates alcalins. . . . .	4,050	3,100
	Phosphates de calcium. . . . .	0,408	0,315
	— de magnésium . . . . .	0,591	0,455
	— alcalins . . . . .	1,860	1,451
	Silice, fer, ammoniaque . . . . .	traces	traces
Par jour, 20 <sup>gr</sup> ,19. Par kilogramme d'urine, 15 <sup>gr</sup> ,53.)	Gaz. . . . . { Oxygène . . . . . { Azote, acide car- bonique. . . . .		
		1500,000	1000,000

Ces proportions sont susceptibles de variations considérables.

L'urine normale peut renfermer de 20 à 55 grammes d'urée par litre; et la quantité d'urée produite par un homme varie de 22 à 57 grammes par 24 heures. La quantité d'acide urique varie de  $\frac{1}{30}$  à  $\frac{1}{60}$  du poids de l'urée.

L'urine normale de l'homme fraîchement émise, est limpide; si on l'abandonne à elle-même, elle devient souvent légèrement louche en refroidissant, par des flocons de mucus, et par une trace de phosphates qui se dépose par suite du départ d'une portion de l'acide carbonique. Puis elle s'acidifie, et sa couleur se fonce, en même temps qu'elle laisse déposer de l'acide urique et des urates.

L'urine se maintient ainsi pendant quelque temps, puis elle devient neutre, et enfin fortement alcaline, en même temps elle abandonne un précipité abondant de phosphates et d'oxalates terreux, de phosphate ammoniaco-magnésien, et d'urate d'ammoniaque. L'urée s'est alors transformée en carbonate d'ammoniaque en fixant les éléments de l'eau :  $C^2H^4Az^2O^2 + 4HO = 2(AzH^2O.CO^2)$ .

Si l'urine fraîche est maintenue, après ébullition, dans un ballon de M. Pasteur, où toute rentrée des poussières atmosphériques est rendue impossible, elle se conserve, on peut dire, indéfiniment sans altération.

M. Van Tieghem a démontré, d'autre part, la présence constante, dans l'urine en fermentation ammoniacale, d'une torulacée, composée de petits globules en chapelets, qui jouit de la propriété de transformer une dissolution d'urée en carbonate d'ammoniaque. Il y a donc tout lieu de penser, que c'est à ce organisme qu'est due la transformation rapide de l'urée.

L'homme produisant de 22 à 57 grammes d'urée par jour, capables de fournir 12,5 ou 21 grammes d'ammoniaque, il en résulte que les urines d'une grande ville constituent une source importante de produits ammoniacaux.

Cependant, il faut remarquer qu'une grande partie des urines des villes est envoyée directement dans les égouts, soit par certains urinoirs publics, soit par les tinettes mobiles qui laissent constamment écouler les liquides à l'égout.

Pour ces raisons, l'urine est en réalité utilisée dans une proportion assez restreinte, pour la fabrication des sels ammoniacaux.

Paris est une des villes où cette utilisation est la plus importante.

Les matières extraites des fosses sont envoyées dans les bassins des dépotoirs, où s'effectue le dépôt des produits solides qui formeront plus tard la poudrette, tandis que le liquide surnageant, désigné sous le nom d'*eau vanne*, est décanté dans d'autres bassins, où doit se terminer la fermentation.

Au bout de trois ou quatre semaines ces eaux, qui sont essentiellement formées d'urine putréfiée, servent à la fabrication des produits ammoniacaux.

## CHAPITRE II

### EXTRACTION DES PRODUITS AMMONIACAUX DES EAUX VANNES

#### § 1. — TRAITEMENT PRÉLIMINAIRE DES VIDANGES DANS LES DÉPOTOIRS.

1° *Généralités.* — Les vidanges extraites des fosses après addition de sels métalliques, sulfate de fer, chlorure ou sulfate de zinc, en vue de détruire le sulfhydrate d'ammoniaque qu'elles renferment, sont envoyées aux dépotoirs, où elles sont entreposées dans de grands bassins couverts.

A Paris on extrait journallement plus de 2200 mètres cubes de vidanges, dont 500 proviennent des tinettes mobiles. La C<sup>ie</sup> Lesage, et la C<sup>ie</sup> Parisienne de vidanges et engrais, transportent ces matières la nuit dans des cylindres montés sur roues, pour les déverser dans des bateaux-citernes en tôle hermétiquement fermés, qui sont ensuite remorqués jusqu'aux usines de traitement, situées à Billancourt, à Aubervilliers, à Maison-Alfort, pour la C<sup>ie</sup> Lesage, et autrefois à Nanterre, avant la fermeture de l'usine appartenant à la C<sup>ie</sup> Parisienne de vidanges et engrais.

Des pompes actionnées par la vapeur aspirent les matières dans les bateaux, et les refoulent, par des conduites souterraines, dans de vastes bassins creusés dans le sol, rendus imperméables par une couche d'argile battue, et recouverts d'une toiture en tuile.

Depuis la fermeture de l'usine de Nanterre, la C<sup>ie</sup> Parisienne a été autorisée provisoirement à traiter ses vidanges à la voirie de Bondy.

Les vidanges qui sont envoyées au dépotoir de la Villette sont refoulées dans des conduites en fonte jusque dans les bassins établis à Bondy.

Plus de la moitié des vidanges de Paris sont traitées par les deux compagnies que nous venons de citer.

La vidange amenée journallement dans les dépotoirs, *le tout venant*, contient de 85 à 95 pour 100 de liquide; abandonnée à elle-même, elle laisse bientôt déposer une boue noire, et l'eau vanne plus ou moins trouble, peut être décantée pour être abandonnée à la fermentation.

Les matières fraîches de vidange renferment de l'azote à l'état d'acide urique, de créatinine, de matières albuminoïdes, de composés mal définis et surtout à l'état d'urée.

Par la fermentation, qui s'effectue déjà partiellement dans les fosses mêmes,



l'urée se transforme peu à peu en carbonate d'ammoniaque par fixation des éléments de l'eau; il se produit aussi du sulfhydrate, du sulfate, du chlorhydrate d'ammoniaque et du phosphate ammoniaco-magnésien. En même temps une série de produits complexes prennent naissance, notamment des ammoniacques composées, dont la présence, quoiqu'en faible proportion, contribue à rendre très désagréables les émanations des dépotoirs.

Il y a également formation de produits neutres à odeur insupportable; ce qui explique combien il est difficile de trouver un moyen simple et économique de désinfection complète des vidanges.

Jusqu'ici on peut dire qu'on n'a obtenu de résultat satisfaisant, au point de vue de la désinfection des produits dégagés soit des fosses, soit pendant le travail des vidanges, qu'au moyen des agents comme le chlore, le brome, les produits nitreux, qui détruisent ou modifient profondément tous ces composés organiques odorants; mais leur emploi est coûteux.

Les expériences faites à l'hôpital de la Pitié, par MM. Bapst et Girard, au moyen de l'acide sulfurique nitreux, ont été très nettes et très concluantes; il serait à souhaiter qu'elles fussent répétées dans les usines où se fait le traitement des vidanges.

On observe constamment que les vidanges, par leur exposition à l'air dans les dépotoirs, perdent une notable proportion de leur azote ammoniacal, qui est éliminé soit à l'état d'azote, soit à l'état de carbonate d'ammoniaque, ou qui passe à l'état d'acide azotique par suite d'une fermentation spéciale, que les remarquables et récents travaux de MM. Schloesing et Muntz ont fait connaître.

On peut, au bout de trois ou quatre semaines, envoyer l'eau vanne aux appareils d'extraction de l'ammoniaque, la fermentation étant terminée. Le dépôt qui se trouve au fond des bassins retient une forte proportion de liquide; il doit être desséché pour fournir la poudrette.

Dans beaucoup de dépotoirs, cette boue est encore abandonnée à l'air, et ne se dessèche qu'après plusieurs années, à force de manipulations coûteuses. Il en résulte des émanations fort désagréables pour le voisinage, et une perte d'azote importante.

Ainsi des dépôts renfermant, après dessiccation rapide, 2 1/2 à 3 pour 100 d'azote, ne titrent plus que 1 1/2 pour 100 au plus, après deux ans d'exposition à l'air. Souvent on est même obligé d'ajouter à ces dépôts, des matières pulvérulentes inertes pour permettre leur dessiccation complète.

On comprend l'intérêt considérable qui se rattache à la dessiccation rapide de ces matières, ce qui explique les efforts nombreux qui ont été faits, pour trouver à cette question une solution acceptable au point de vue économique et au point de vue de l'hygiène publique.

*2<sup>e</sup> Procédés Lencauchez.* — M. Lencauchez, ingénieur civil à Paris, s'est occupé dès l'année 1858 de résoudre le problème de la transformation rapide des vidanges en engrais solide, et en sulfate d'ammoniaque. Nous ne serons que juste en rappelant sommairement les procédés qu'il a étudiés, et modifiés à diverses reprises, en vue d'exploiter les vidanges accumulées dans les immenses bassins du dépotoir de Bondy.

Le premier projet qu'il a établi, avait pour but :

1° De décantier les matières de vidanges ;

2° De prendre le dépôt boueux à la drague, pour le faire sécher dans des exsiccateurs mécaniques, traversés par un courant d'air chaud, mêlé à la fumée de foyers spéciaux, afin d'obtenir de la poudrette ;

3° De distiller seules, les eaux vannes décantées, pour en extraire les sels ammoniacaux volatils ;

4° Enfin de distiller avec de la chaux, les eaux ainsi traitées, afin d'en extraire l'ammoniaque des sels relativement fixes et de les rejeter ensuite à l'égout.

Cette méthode permettait bien de réduire l'étendue des bassins de Bondy et d'opérer rapidement ; mais elle ne satisfaisait pas aux exigences de la salubrité, au point de vue des émanations, et de la nature des eaux épuisées qu'on devait rejeter au dehors, car ces eaux qui ne renfermaient qu'une faible proportion d'azote, étaient troubles, par les matières que la fermentation avait mise constamment en suspension dans les bassins.

Vers 1868, M. Lencauchez changea complètement son procédé, d'après les observations qu'il avait faites. Il reconnut que la décantation des eaux vannes ne peut se faire convenablement que quand la fermentation est arrêtée, sans quoi l'agitation produite par les bulles gazeuses tient indéfiniment en suspension les matières organiques dont la densité est la même que celle du liquide, tandis que les matières lourdes et terreuses peuvent seules se déposer. Il reconnut aussi que la cuisson, qui coagule les matières albuminoïdes et visqueuses, et détruit les ferments, peut permettre la décantation rapide des liquides ; et enfin que l'action de la chaux, en détruisant le ferment, saturant les acides organiques et minéraux, facilite encore le dépôt.

Si la distillation de la vidange se fait avec un excès de lait de chaux, il se forme des sels de chaux qui, mêlés à la matière organique, font pâte avec elle ; la densité de cette bouillie étant plus grande que celle du liquide, la décantation se fait avec rapidité, la masse ne renfermant plus ni gaz, ni ferment, et ayant un excès de chaux qui s'oppose, pendant sa période de décantation, à toute nouvelle fermentation.

En 1867, M. Chevalet montra par de nombreuses expériences, que les matières de vidange peuvent être décantées, après traitement par la chaux et distillation des produits ammoniacaux, sans autre perte que 1 à 2 pour 100 de leur azote. M. Lencauchez fut conduit d'après cela à renverser la méthode suivie jusqu'alors. Il proposa de commencer le traitement des vidanges par la distillation avec la chaux. Il prit à ce sujet un brevet à la date du 5 mars 1869, qui fut complété par un certificat d'addition en date du 24 mai 1870.

Sa nouvelle méthode consistait : 1° à distiller le *tout-venant* dans le vide pour enlever les produits ammoniacaux avec l'aide de la chaux ; 2° à pratiquer la décantation ultérieure ; et 3° à dessécher le dépôt pour obtenir la poudrette.

Nous résumerons cette méthode telle qu'elle a été proposée par son auteur, pour l'adjudication de l'exploitation de la voirie de Bondy, le 8 juin 1872.

Les matières devront, dès leur entrée au dépotoir, être broyées et malaxées,

pour être rendues homogènes. L'opération devra se pratiquer dans des appareils fermés, traversés par un courant d'air, mis en mouvement par un ventilateur et refoulé dans une colonne à acide sulfurique, afin de fixer l'ammoniaque. Les gaz incondensables seront envoyés sous un foyer où ils seront détruits.

Les produits sortant du malaxeur seront passés à travers un crible, afin de retenir les corps solides d'un certain diamètre, qui seront recueillis dans des wagonnets, et brûlés dans des foyers spéciaux.

Les produits liquides sortant du crible, seront reçus dans des bassins régulateurs, pour y être emmagasinés. Ces bassins étant en maçonnerie étanche, et voutés pour éviter les émanations, ils seront également ventilés comme les appareils précédents.

Les liquides seront pris dans les bassins pour être traités comme nous l'examinerons avec quelques détails chapitre II, § 2, dans des appareils où l'ammoniaque sera extraite dans le vide, et recueillie à l'état de sulfate. Les gaz incondensables seront refoulés sous les foyers de l'usine pour y être brûlés.

Les produits épuisés, ayant bouilli avec un excès de chaux, seront extraits de l'appareil par une pompe, et refoulés dans un réchauffeur où ils abandonneront la plus grande partie de leur chaleur au liquide à traiter. Enfin, ils se rendront dans des bassins de décantation, où ils seront additionnés d'une faible proportion de sulfate d'alumine (environ 50 grammes par mètre cube), afin de faciliter la précipitation des matières en suspension, et de permettre une décantation rapide des liquides clairs, qui seront écoulés au dehors.

Les dépôts rassemblés au fond des bassins seront dragués et refoulés dans des filtres-presses, pour être transformés en tourteaux, tandis que les liquides retourneront dans les bassins.

Les tourteaux seront envoyés aux exsiccateurs, où ils seront séchés, puis broyés pour former la poudrette.

Les exsiccateurs seront traversés par les produits gazeux des foyers, additionnés d'une proportion convenable d'air pour abaisser leur température à 110° environ, afin de ne pas altérer la matière organique des tourteaux. Pendant la dessiccation l'excès de chaux se trouvera carbonaté.

Comme on le voit par cet aperçu général et rapide, M. Lencauchez a depuis longtemps proposé de grands perfectionnements dans le traitement des matières de vidanges :

1° L'emploi du vide pour distiller à basse température les matières de vidange, ce qui évitait la production d'une grande partie des matières odorantes qui ne se forment qu'à haute température ;

2° Le traitement par la chaux, pour enlever tout d'abord les produits ammoniacaux, et permettre une décantation facile, en arrêtant toute fermentation et en coagulant les matières albumineuses ;

3° L'emploi des filtres-presses, pour recueillir les matières solides sous forme de tourteaux, et en permettre la dessiccation rapide dans un courant de gaz chaud ;

4° L'emploi d'appareils clos et ventilés, pour éviter les émanations inhérentes à ces traitements, et pour permettre d'envoyer les produits incondensables à travers les grilles de foyers actifs, pour les détruire.

M. Lencauchez n'ayant pas été adjudicataire de l'exploitation de la voirie de Bondy, son ingénieux procédé n'a pas été mis en pratique.

Nous ne rappellerons pas tous les essais qui ont été faits depuis, pour traiter rapidement les matières de vidange, car nous sortirions de notre programme; nous ne décrirons que deux procédés de traitement : celui de M. Bilange qui est mis en pratique à Bondy, et celui de M. Kuentz qui est pratiqué notamment au dépotoir de Versailles.

Le premier de ces procédés permet de traiter le *tout-venant*, et d'obtenir la presque totalité de l'eau vanne, dont on extrait ensuite les produits ammoniacaux; les matières solides sont recueillies à l'état de tourteaux faciles à dessécher.

Le second sépare les matières d'arrivage en eaux vannes claires, et en tourteaux enrichis par du phosphate assimilable.

3° *Procédé Bilange.* — M. Bilange s'est proposé de produire des engrais immédiatement utilisables, et de ne rejeter dans l'air, et avec les eaux résiduaires, que des produits inodores et imputrescibles.

Il est parvenu à donner satisfaction à l'hygiène publique, tout en extrayant des vidanges la presque totalité des principes fertilisants qu'elles renferment<sup>1</sup>.

Le traitement des matières comprend trois opérations distinctes :

1° La décantation, facilitée par des réactifs qui activent la précipitation des matières solides ;

2° La transformation des dépôts en engrais ;

3° La distillation des liquides pour en retirer l'ammoniaque, et fabriquer du sulfate.

Nous verrons plus loin, que M. Bilange a pratiqué cette distillation, et la saturation des vapeurs, dans des appareils clos et sous pression réduite.

Les matières refoulées du dépotoir de la Villette arrivent à Bondy, où elles sont reçues directement dans des malaxeurs actionnés mécaniquement, dans lesquels on introduit en même temps, et en quantité rigoureusement dosée, des réactifs formés principalement de chaux éteinte à l'état de lait, de 1,16 à 1,20 de densité.

Pour obtenir un mélange plus intime des eaux vannes et des réactifs, on a accouplé deux malaxeurs, dont la vitesse de rotation permet un débit de 100 mètres cubes de matière à l'heure.

Le mélange se déverse à la sortie des malaxeurs, dans un bassin maçonné de 500 mètres cubes de capacité, recouvert d'un plancher en bois. Des regards ménagés dans ce plancher, peuvent être ouverts au besoin pour visiter le bassin.

La décantation très facile du mélange, s'effectue d'autant plus rapidement qu'on a employé plus de réactif alcalin.

On laisse le dépôt se former pendant une heure environ, et aussitôt on décante la partie claire au moyen d'une pompe. Le liquide enlevé n'a qu'une teinte légèrement ambrée; il renferme de l'ammoniaque libre, la chaux retenant les

1. Nous empruntons l'ensemble de la description de ce procédé à la *Revue industrielle*, mai 1881.

acides, et il est en outre dépouillé de la presque totalité des impuretés contenues dans les eaux vannes.

Il est facile de se rendre compte des réactions qui ont lieu dans ce traitement; l'acide carbonique est absorbé par la chaux, et le carbonate de chaux insoluble qui se produit se précipite; les autres acides se combinent également à la chaux en produisant, les uns des sels solubles, les autres des sels insolubles qui se précipitent en même temps que le carbonate. En outre les matières albuminoïdes sont coagulées par la chaux, entraînant les précipités pulvérulents. Il se produit ainsi un véritable collage de la masse, ce qui explique comment les matières qui sont noires et infectes à l'entrée des malaxeurs, sortent du bassin de décantation au bout d'un temps très court, claires et limpides, ne présentant plus guère qu'une odeur ammoniacale.

Ces eaux sont, comme on le comprend, d'un traitement très facile pour l'extraction de l'ammoniaque.

Lorsque les eaux claires sont décantées, on les remplace par un égal volume de matières sortant des malaxeurs. On recommence cette opération plusieurs fois, jusqu'à ce que le bassin soit rempli. On se propose alors de traiter la masse épaisse pour faire immédiatement un engrais solide, et obtenir le liquide ammoniacal emprisonné dans le dépôt.

On procède de la façon suivante: on fait écouler la matière dans un bassin de 70 mètres cubes environ de capacité, qui sert de bassin de travail, puis on la fait passer au filtre-presse. La masse est aspirée par une série de monte-jus, semblables à ceux employés dans les sucreries; on la chauffe alors dans ces appareils au moyen d'un jet de vapeur, et ce n'est que quand elle est assez chaude qu'on la refoule dans les filtres-presses.

Ce chauffage préalable est nécessaire pour permettre une bonne filtration, en donnant plus de cohésion au dépôt; sans cela on n'obtient pas de tourteaux consistants, la filtration est pénible, et le liquide obtenu est trouble et noirâtre.

Au contraire, après chauffage convenable, le liquide qui s'écoule des filtres-presses est clair et jaunâtre, les tourteaux obtenus présentent une consistance remarquable, et se détachent facilement des toiles. Pendant le chauffage de la masse, il se dégage des vapeurs ammoniacales qu'on fait évacuer des monte-jus par un tuyau qui les conduit dans un bac en plomb renfermant de l'acide sulfurique, où elles sont absorbées en donnant du sulfate d'ammoniaque. Le liquide qui sort des filtres-presses ne peut ainsi incommoder les ouvriers, l'ammoniaque étant retenue.

Les tourteaux obtenus sont d'autant plus riches en azote que l'on a employé moins de réactifs solides, et que l'eau vanne brute dont ils proviennent, était plus riche en produits organiques azotés.

En opérant ainsi, on obtient pour 100 mètres cubes d'eaux vannes brutes :

75 mètres cubes d'eaux claires décantées;

25 mètres cubes de boues de dépôt, qui produisent de 6 à 7000 kilogrammes de tourteaux à 50 pour 100 d'eau.

Les liquides clairs décantés dans les bassins, et ceux qui proviennent des filtres-presses, sont traités ensemble, pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque.

Ce procédé permet, comme on le voit, de réaliser le double avantage d'un traitement très rapide des matières dès leur arrivée au dépotoir, et d'éviter d'une façon très satisfaisante les émanations, en donnant des eaux faciles à traiter, comme nous le verrons plus loin, et des tourteaux qu'on dessèche sans difficulté. Mais ces tourteaux n'ont qu'une valeur très minime, en raison de leur faible teneur en principes fertilisants.

#### *4<sup>e</sup> Procédé de M. A. Kuentz.*

Ce procédé permet également d'éviter le stock de matières dans les dépotoirs. en séparant immédiatement l'arrivage en liquides clairs et en tourteaux livrables à l'agriculture.

L'arrivage est reçu directement dans un grand bac fermé, muni de chicanes verticales, où s'effectue une première décantation. Les liquides clairs, qui viennent à la partie supérieure des derniers compartiments, sont écoulés dans un bac, d'où ils sont envoyés aux appareils d'extraction de l'ammoniaque, après avoir traversé les réchauffeurs.

Les dépôts épais, rassemblés à la partie inférieure des premiers compartiments, sont aspirés par un monte-jus et refoulés dans un mélangeur fermé, où ils sont additionnés de chlorure d'aluminium, de chlorure de fer, et de phosphate acide de chaux, afin de les désinfecter, de rendre possible leur passage au filtre-pressé, et de les enrichir en éléments utiles.

On prépare le réactif, en attaquant un mélange formé de : 15 parties de bauxite, 75 parties de phosphate de chaux naturel, et 3 parties de fer hydroxydé, par 110 d'acide chlorhydrique du commerce et 150 d'eau.

On ajoute 50 kilogrammes du liquide résultant de la réaction de ces produits, par mètre cube de matière épaisse à traiter. Après vingt-quatre heures de repos, on peut faire écouler une quantité importante de liquide clair, qui se trouve à la surface, et qui ne présente plus qu'une odeur faible, tandis que le dépôt rassemblé au fond est envoyé dans un monte-jus et refoulé dans un filtre-pressé, au moyen de l'air comprimé.

On obtient ainsi des eaux vannes claires, et des tourteaux qui sont ensuite facilement desséchés. Ces tourteaux renferment à l'état de phosphate bicalcique tout le phosphate soluble qu'on a ajouté, et qui a été décomposé, en même temps que le chlorure de calcium, par le carbonate d'ammoniaque que contenaient les matières. Le fer a absorbé les produits sulfurés, et l'alumine a modifié les matières albuminoïdes et glaireuses, de telle sorte qu'elles ne s'opposent plus à la filtration.

Les tourteaux ainsi obtenus renferment de 3 à 3,5 pour 100 d'azote, et de 10 à 12 pour 100 d'acide phosphorique assimilable.

Ce procédé est installé dans divers endroits, notamment au dépotoir de la ville de Versailles.

## § II. TRAITEMENT DES EAUX VANNES CLAIRES.

1<sup>o</sup> PROCÉDÉ FIGUERA.

Le procédé le plus ancien de traitement des eaux vannes en vue de l'extraction de l'ammoniaque est dû à Figuera; il a été mis en pratique par lui au dépôt de Bondy.

Il est fondé sur l'entraînement du carbonate d'ammoniaque par la vapeur d'eau. L'appareil imaginé par Figuera est formé d'une chaudière à vapeur ordinaire, d'une capacité de 11 mètres cubes, pouvant envoyer sa vapeur successivement dans deux cylindres verticaux en tôle, de 10 mètres cubes chacun, renfermant l'eau vanne à traiter.

Sous l'influence de la vapeur, les sels volatils d'ammoniaque se trouvent entraînés, et se rendent dans un gros serpentín réfrigérant en plomb, disposé dans une cuve en bois de 25 mètres cubes environ remplie d'eau vanne neuve à traiter, qui en s'échauffant récupère ainsi une notable quantité de chaleur.

La vapeur d'eau, et la plus grande partie du carbonate d'ammoniaque, se condensent ainsi. Les produits non condensés, vont barboter dans de l'acide sulfurique contenu dans un bac en bois doublé de plomb, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate.

La chaudière à vapeur est alimentée avec le liquide épuisé des cylindres, qui retient encore une faible quantité de produits ammoniacaux; cette eau est remplacée dans les cylindres par de l'eau vanne, chauffée par la condensation des vapeurs dans le réfrigérant en plomb.

À la suite de chacun des cylindres, se trouve un vase en tôle destiné à retenir les mousses abondantes, qui sont entraînées par les vapeurs, à les abattre et à faire rétrograder le liquide ainsi produit.

Ce vase permet aussi de régler la marche de l'opération, d'après l'indication d'un niveau d'eau en verre, qui fait connaître à chaque instant la quantité de liquide entraîné.

Une opération dure 12 heures environ. Lorsqu'elle est terminée, on fait écouler au dehors le liquide bouillant de la chaudière à vapeur, et on le remplace aussitôt par celui des cylindres. Ceux-ci sont rechargés avec de l'eau vanne contenue dans la cuve du réfrigérant, puis on recommence une nouvelle opération.

Le liquide ammoniacal condensé dans le serpentín, étant saturé par l'acide sulfurique, donne une dissolution très étendue de sulfate, marquant à peine 5 degrés Baumé, qu'il faut concentrer, ainsi que celle du bac à acide. Cette concentration nécessite une dépense considérable de combustible, qu'on a cherché à diminuer, en utilisant ces liquides faibles pour alimenter des générateurs, dont la vapeur peut servir au traitement d'une certaine quantité d'eau vanne. Lorsque le liquide est concentré à 24 degrés Baumé, on l'extrait des générateurs, pour terminer ensuite les opérations dans des chaudières ouvertes chauffées à feu direct.

Le sulfate déposé pendant l'évaporation, est pêché et mis à égoutter, puis séché sur des plaques; les eaux vannes acides sont réunies dans les bacs de saturation.

M. Figuera avait installé au dépotoir de Bondy une batterie de 11 appareils semblables, permettant de traiter journellement jusqu'à 500 mètres cubes d'eau vanne, et de produire environ 2500 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque.

Ce procédé, qui présentait de nombreuses imperfections, a été abandonné depuis longtemps, mais il a servi de point de départ à des procédés de traitement plus économiques, que nous examinerons successivement.

## 2° — APPAREIL MARGUERITTE ET SOURDEVAL.

L'appareil de Figuera ne permet d'obtenir que des dissolutions faibles de sulfate d'ammoniaque, souillées par des eaux entraînées avec les mousses. Il s'en suit qu'il faut évaporer beaucoup d'eau, pour obtenir le sel cristallisé. En outre, les liquides incomplètement épuisés sont rejetés bouillants; enfin, la quantité d'eau vanne traitée est faible, relativement à l'importance de l'installation.

MM. Margueritte et Sourdeval, ont imaginé un appareil qui évite le plus grand nombre de ces inconvénients, et qui a été adopté par plusieurs grandes compagnies.

Ils ont appliqué à l'épuisement des eaux vannes, la colonne distillatoire employée depuis longtemps, pour défléger les liquides alcooliques.

La figure 1 montre l'ensemble de leur appareil, qui est essentiellement formé de 2 parties : 1° d'une colonne distillatoire ordinaire A en fonte, de 1<sup>m</sup>,30 de diamètre, composée de 22 plateaux munis chacun de 10 calottes, dans lesquelles l'eau vanne descend en s'épuisant méthodiquement, pour sortir par le tuyau S; 2° d'un réfrigérant B à rétrogradations multiples, alimenté par le courant d'eau vanne à traiter, qui refroidit et condense partiellement les vapeurs ammoniacales. Il ne sort à l'extrémité de ce réfrigérant que des liquides saturés et des vapeurs très riches en produits ammoniacaux, qui sont reçues dans l'acide sulfurique.

La figure 2 représente en coupe et en plan, le détail des tronçons de la colonne.

L'appareil fonctionne de la façon suivante :

L'eau vanne venant des bassins de décantation est élevée, au moyen d'une pompe, dans le réservoir en tôle R (fig. 1), placé sur une solide charpente. Cette eau s'écoule d'une façon continue par un robinet (qui n'est pas représenté sur la figure), dans l'entonnoir du tuyau E, qui l'amène à la partie inférieure du bac B.

Elle s'élève peu à peu dans ce bac, en s'échauffant au contact des serpentins qui sont traversés par le courant de vapeur venant de la colonne; puis elle sort du vase B par le tuyau F, pour pénétrer dans la colonne entre le 18<sup>e</sup>, et le 19<sup>e</sup> plateau.

Cette eau s'écoule alors de plateau en plateau jusqu'au bas de la colonne, et sort par le tuyau-siphon S, après avoir été complètement épuisée.



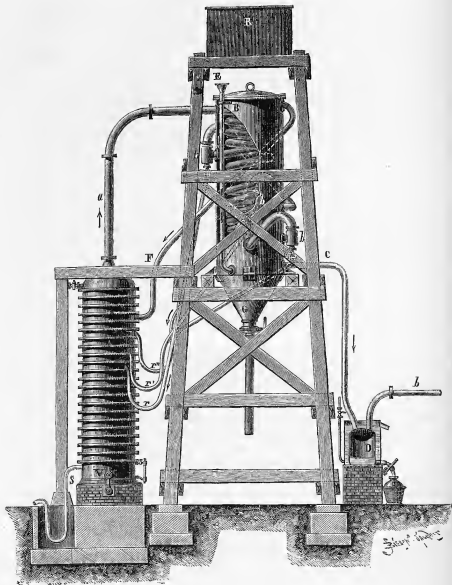


Fig. 1. — Appareil de MM. Margueritte et Sourdeval.

A. Colonne en fonte de 1<sup>m</sup>,50 de diamètre. — B. Réfrigérant en fonte avec tuyaux de rétrogradations. — C. Tuyaux de sortie du serpentín condensateur. — D. Vase en plomb permettant de recueillir la dissolution saturée de carbonate d'ammoniaque. — E. Tuyau d'arrivée de l'eau vanne à traiter. — F. Alimentation de la colonne. — G. Partie conique de la bûche du réfrigérant permettant de recueillir les boues. — R. Réservoir d'eau vanne. — S. Siphon de sortie des eaux épuisées. — V. Arrivée de la vapeur de chauffe. — a. Départ des vapeurs se rendant aux serpentins. — b. b. b. Boîtes de rétrogradations. — h. Départ des gaz se rendant au bac à acide. — r. r'. r''. Tuyaux de rétrogradations dans la colonne.

La vapeur, venant d'un générateur, pénètre dans le pied de la colonne par le tuyau V, et détermine l'ébullition dans tous les plateaux.

*Coupe suivant AB.*



*Coupe suivant CD.*



*Plan.*

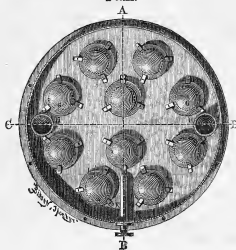


Fig. 2. — Détail des tronçons de la colonne d'épuisement des eaux vannes.

EE. Tronçon en fonte ou élément de colonne. — FF. Ajutage de dégagement des vapeurs. — GG. Calottes forçant les vapeurs à barboter dans le liquide qui recouvre les plateaux. — HH. Tuyaux de descente, limitant l'épaisseur de la couche liquide sur chaque plateau. — K. Tuyau d'arrivée des eaux vannes dans la colonne.

Le carbonate et le sulfhydrate d'ammoniaque entraînés par la vapeur d'eau, se

1. Pour faire fonctionner cet appareil il est nécessaire d'avoir une force de générateur de 50 chevaux.

rendent par le tuyau *a* dans le réfrigérant B, refroidi par l'eau vanne à traiter.

Ce réfrigérant est formé de quatre parties distinctes, permettant de faire rentrer dans la colonne, par les tuyaux *r*, *r'*, *r''*, les liquides condensés dans les trois premiers tronçons, et de recueillir dans un vase D le liquide condensé dans le dernier. Ce liquide est une dissolution concentrée de carbonate d'ammoniaque mélangée de sulfhydrate.

Les vapeurs qui n'ont pas été condensées, s'échappent du vase D par un large tuyau, pour se rendre dans l'acide sulfurique à 55 degrés, contenu dans un bac en bois doublé de plomb muni d'un couvercle, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate.

Les boîtes de rétrogradation *b*, *b*, *b*, et les tuyaux *r*, *r'*, *r''*, permettent le retour, dans la colonne, des liquides condensés dans les trois premiers tronçons du réfrigérant, en des points tels, que les liquides rétrogradés se mélangent avec des produits de richesse à peu près égale, afin de ne porter aucune perturbation dans le travail d'épuisement méthodique.

Le liquide recueilli dans le vase D, refroidi par un courant d'eau, marque 16 degrés Baumé; il sert, comme nous le verrons plus loin, à la préparation du chlorhydrate d'ammoniaque ou de l'alcali volatil. On le soutire dans des touries, au moyen d'un ajutage terminé par un tuyau en caoutchouc, qu'on ferme facilement à l'aide d'une sorte de pince de Mohr.

Les gaz qui se dégagent pendant la saturation des vapeurs par l'acide sulfurique, étaient autrefois envoyés, par un large tuyau en tôle, sous les foyers des générateurs, afin d'atténuer autant que possible les émanations désagréables; mais la proportion considérable d'acide carbonique et de vapeur d'eau, mélangée aux produits odorants, empêchait la combustion complète de ces derniers, et le résultat obtenu était très imparfait. Depuis quelque temps, on a réussi à détruire complètement ces odeurs infectes, en aspirant les gaz des bacs de saturation au moyen d'un ventilateur, en les refroidissant pour condenser les vapeurs d'eau, et en les refoulant dans un petit cubilot alimenté par du coke, ou par des escarbilles.

Dans ces conditions, les gaz ne présentent plus à la sortie du cubilot que l'odeur de l'acide sulfureux. C'est là une très-grande amélioration apportée, au point de vue de l'hygiène, à la fabrication des produits ammoniacaux au moyen des eaux vannes.

Après quelques jours de fonctionnement, il se forme dans le bac B des dépôts boueux qui se rassemblent dans la partie conique C; on fait couler ces dépôts en ouvrant le robinet vanne placé au bas de l'appareil, et on les reçoit dans des wagonnets.

On obtient par la saturation de l'acide sulfurique à 55 degrés des dissolutions de sulfate d'ammoniaque marquant 25 degrés environ, qu'il faut évaporer.

Cette évaporation se fait dans des bacs, au moyen de serpentins en plomb épais, chauffés par la vapeur. Le sel est pêché, au fur et à mesure qu'il se précipite, jeté sur des égouttoirs, et séché sur des plaques en fonte, chauffées par les chaleurs perdues des générateurs. Le sulfate ainsi obtenu, est blanc et fin; il titre de 20 à 21 pour 100 d'azote.

Les eaux épuisées qui sortent de la colonne sont bouillantes; on les fait cir-

culer dans des caniveaux recouverts de plaques de fonte, sur lesquelles on fait sécher les matières pâteuses, provenant des bassins de dépôt. Elles abandonnent ainsi la plus grande partie de leur chaleur, avant d'être envoyées à l'égout.

Les vapeurs provenant de cette dessiccation, composées en grande partie de vapeur d'eau mêlée à des produits infects, sont appelées dans une grande cheminée, par des ouvertures situées à l'extrémité des canaux formés par un faux plancher en bois, disposé au-dessus des produits à sécher.

Malgré ces précautions, les odeurs infectes sont bien loin d'être détruites; la plus grande partie s'échappe par la cheminée d'appel, et va s'abattre plus ou moins loin, et dans une direction différente, suivant l'intensité et le sens du vent.

C'est à ces évaporations qu'on doit attribuer, en grande partie, les plaintes qui ont eu lieu, lors de l'ouverture de l'usine de Nanterre, et qui l'ont fait fermer.

Un appareil comme celui que nous venons de décrire, coûtant environ 30 000 francs, permet de traiter 100 mètres cubes d'eau vanne par 24 heures, en donnant par mètre cube l'équivalent de 9 à 10 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque.

Ces appareils traitent beaucoup, mais ils rejettent des eaux renfermant encore tous les sels ammoniacaux fixes, ce qui représente de 5 à 4 kilogrammes de sulfate par mètre cube.

Un grand nombre de ces appareils fonctionnent autour de Paris, dans les usines de la Compagnie Lesage<sup>1</sup> et de la Compagnie l'Urbaine. La Compagnie Parisienne de Vidanges et Engrais en avait installé dix dans son usine de Nanterre, aujourd'hui inactive.

### 3<sup>e</sup> APPAREIL LAIR.

Avec les appareils que nous venons d'examiner, on n'extraît pas l'ammoniaque que les eaux vannées renferment à l'état de sels fixes, notamment de phosphate, de sulfate et de chlorhydrate; on n'obtient que la plus grande partie du carbonate et du sulphydrate d'ammoniaque, que la vapeur d'eau entraîne. Le sulfate et le chlorhydrate proviennent surtout de l'addition des sels métalliques dans les fosses, pour les désinfecter avant de les vider. Il y a donc perte d'une quantité notable d'ammoniaque, qu'il serait intéressant d'extraire.

On doit également reprocher à ces appareils, de rejeter les eaux épuisées bouillantes, et de ne récupérer qu'une portion très-faible de leur chaleur; ces eaux, troubles et noires, doivent être dirigées dans de longs caniveaux ou dans des bassins, pour leur faire déposer les matières en suspension, avant de les rejeter au dehors.

Enfin, on n'obtient, avec les appareils précédents, que des dissolutions plus

1. La Compagnie Lesage traite journellement de 15 à 1400 mètres<sup>3</sup> de matières de vidanges; 250 à Billancourt, 400 à Alfort, 600 à Aubervilliers, et le restant dans de petites usines, à Drancy et à Nanterre.

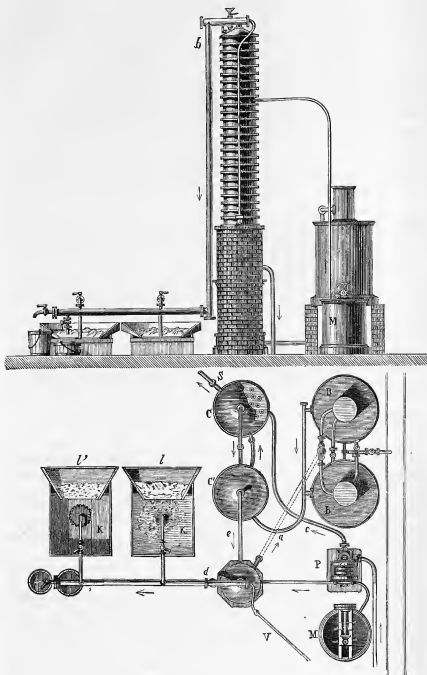


Fig. 3. — Élévation de face, et plan de l'appareil de M. Lair.

ou moins faibles de sulfate d'ammoniaque qu'il faut évaporer, afin d'obtenir le sel cristallisé, ce qui entraîne à une dépense considérable de charbon.

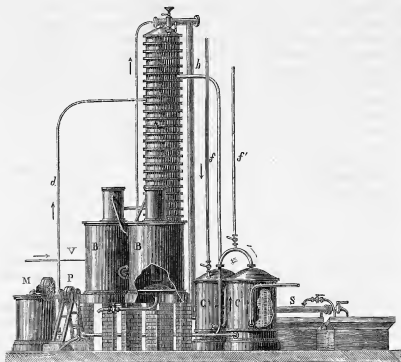


Fig. 4. — Élévation montrant l'agencement des diverses parties de l'appareil de M. Lair.

LÉGENDE DES FIGURES 3 ET 4.

- A. — Colonne en fonte à plateaux, portant chacun une seule calotte de barbotage.
- a. — Tuyau conduisant l'eau vanne épuisée et bouillante aux débourbeurs BB'.
- B. B. — Débourbeurs.
- C. C. — Réchauffeurs tubulaires permettant d'échauffer l'eau vanne à traiter, en refroidissant l'eau vanne épuisée.
- c. — Tuyau de refoulement de l'eau vanne dans les réchauffeurs.
- d. — Tuyau d'injection du lait de chaux dans la colonne.
- e. — Tuyau d'arrivée de l'eau vanne chaude à la colonne.
- f. f'. — Tuyaux d'échauffement des gaz incondensables.
- h. — Tuyau de départ des vapeurs de la colonne, se rendant dans l'acide des bacs KK'.
- K. K'. — Bacs saturateurs en bois doublé de plomb.
- l. l. — Égouttoirs à sulfate d'ammoniaque.
- M. — Malaxeur pour la préparation du lait de chaux.
- P. — Pompe aspirant l'eau vanne dans les bassins de décantation, et la refoulant dans les réchauffeurs CC' par le tuyau c.
- s. — Tuyau de sortie de l'eau vanne épuisée, claire et froide.
- V. — Tuyau de vapeur de chauffe de la colonne et de l'enveloppe du tuyau h.

M. Lair a cherché à résoudre le problème difficile d'extraire des eaux vannes la totalité de l'ammoniaque qu'elles renferment, de ne rejeter que des

eaux résiduaires, claires et froides; enfin d'obtenir directement, dans les bacs de saturation, du sulfate d'ammoniaque cristallisé qu'on puisse pêcher, égoutter et sécher aussitôt.

Le dispositif qu'il a imaginé, et qui a été d'abord installé à Bondy, est fort ingénieux et a donné d'excellents résultats. Quoiqu'il ait dans la pratique présenté quelques imperfections, il n'en reste pas moins un des meilleurs appareils qui existent aujourd'hui pour le traitement des eaux vannes claires.

L'appareil de M. Lair, représenté fig. 3 et 4, se compose essentiellement de quatre parties distinctes, qui sont :

1° Une colonne distillatoire en fonte A, de 0<sup>m</sup>,90 de diamètre et de 5<sup>m</sup>,50 de hauteur ;

2° Deux débourbeurs BB, où se clarifie l'eau vane bouillante et trouble, sortant de la colonne, avant de traverser les réchauffeurs ;

3° Deux réchauffeurs CC', ou appareils d'échange de chaleur entre le liquide épuisé bouillant et clair, et l'eau vane froide à traiter ;

4° Deux bacs en bois doublé de plomb KK, fig. 3, pour la saturation des vapeurs ammoniacales sortant de la colonne.

La colonne est composée de 25 plateaux semblables, munis chacun d'une seue calotte surbaissée, en fonte, dentelée sur les bords. Elle est chauffée par un jet direct de vapeur, arrivant d'un générateur par le tuyau V, de 20 millimètres de diamètre, et dont on peut régler l'intensité à volonté, au moyen d'un robinet.

Une pompe P, mue par une transmission, aspire l'eau vane dans les bassins de décantation, et la refoule d'une façon constante à travers les réchauffeurs CC, dans la colonne A par le tuyau *e* (fig. 3 et 4). Cette eau, chauffée par son passage à travers les vases C, entre au vingtième plateau, puis descend peu à peu, de plateau en plateau, dans la colonne, en se dépouillant méthodiquement de la plus grande partie des sels volatils d'ammoniaque.

A l'aide de la pompe *p*, actionnée par la même transmission que la pompe P, on injecte par le tuyau *d* une certaine quantité de lait de chaux dans la colonne, à l'endroit où il n'y a plus guère que des sels ammoniacaux fixes, sulfate, phosphate, chlorhydrate, qui resteraient dans les eaux résiduaires, et du sulfhydrate d'ammoniaque moins volatil que le carbonate, qui serait néanmoins entraîné, mais qui viendrait donner de l'acide sulfhydrique, et déposer même du soufre dans les bacs à acide sulfurique.

Au pied de la colonne, le liquide épuisé bouillant, et trouble par la chaux et les sels insolubles de chaux en suspension, se rend, par le tuyau *a*, successivement dans les deux débourbeurs B et B', où il s'éclaircit par le ralentissement considérable de vitesse qu'il éprouve en traversant ces vases, qui ont 1<sup>m</sup>,80 de diamètre et 2 mètres de hauteur.

Le liquide arrive dans le premier vase B, par la partie supérieure, dans un gros tube cylindrique qui plonge jusque vers le fond du débourbeur, comme le montre la déchirure représentée dans la figure (4), puis il remonte lentement, pour se rendre par un tuyau latéral, dans le tube semblable du second vase B'; enfin il sort de ce dernier complètement clair, pour se diriger vers les réchauffeurs C' et C, qu'il traverse successivement.

Ces réchauffeurs sont des corps tubulaires verticaux, autour des tubes desquels on fait circuler les eaux vannes épuisées et bouillantes, tandis que les eaux vannes neuves et froides, injectées par la pompe P, circulent dans les tubes, en suivant une marche inverse.

A la sortie des deux réchauffeurs, en S, les eaux épuisées sont rejetées claires et froides, et peuvent sans inconvénient être écoulées au dehors. Par leur passage à travers les deux réchauffeurs, les eaux neuves se trouvent portées à 90-95 degrés environ; elles entrent ensuite dans la colonne, au vingtième plateau, comme nous l'avons dit plus haut.

Les matières en suspension dans les eaux qui sortent de la colonne, s'accumulent peu à peu dans les débourbeurs, et finiraient par les emplir complètement. On se rend compte de temps en temps, à l'aide de robinets de jauge, du niveau où s'arrête la boue dans ces appareils, de façon à l'extraire au moment convenable.

A cet effet, une tuyauterie munie de robinets et disposée sous les débourbeurs, permet de faire écouler la boue au dehors, dans des wagonnets en tôle, qui ne sont pas représentés sur le dessin.

Une calotte dentelée, en fonte, placée au-dessus de l'orifice de sortie de la boue, évite tout engorgement du tuyau.

Lorsqu'un débourbeur vient d'être nettoyé, on change, à l'aide de robinets représentés en plan figure 3, la marche du liquide, de façon qu'il reçoive en dernier lieu les produits sortant de la colonne, afin de rendre l'opération plus parfaite.

Pendant le premier chauffage de l'eau vane dans les réchauffeurs, il se dégage des gaz infects, que les tuyaux *f* et *f* de la figure (5), permettent de rejeter hors de l'atelier.

Les produits qui se dégagent de la colonne par le tuyau *h* sont formés de vapeur d'eau, de carbonate d'ammoniaque, d'ammoniaque libre et de gaz infects incondensables. Ce mélange est dirigé dans l'acide sulfurique contenu dans un des bacs en bois doublés de plomb, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate, tandis que l'acide carbonique et les gaz incondensables se dégagent.

Le tuyau *h*, qui conduit les vapeurs au bac de saturation, contient dans toute sa longueur, un tuyau de vapeur venant du générateur, dont la purge sort à la partie extrême par un robinet. Cette disposition évite que le carbonate d'ammoniaque ne se dépose dans le tuyau *h* et ne finisse par l'obstruer.

L'eau saturée de carbonate d'ammoniaque, qui se condense néanmoins dans ce tuyau par l'effet de l'air ambiant, s'écoule dans un récipient par un petit robinet, qui n'est pas représenté sur la figure; ce liquide est remis dans la fabrication.

L'acide sulfurique du bac se sature peu à peu, et bientôt le sulfate d'ammoniaque se dépose en petits cristaux. Lorsque l'acide est complètement neutralisé, on dirige par un jeu de robinets, les vapeurs dans l'acide du second bac de saturation, et une nouvelle opération recommence aussitôt, tandis que la masse du premier bac se refroidit, et abandonne encore une nouvelle proportion de sel.



On brasse le mélange de temps en temps, afin de n'avoir que de petits cristaux, et on enlève enfin le sel pour le jeter sur l'égouttoir en plomb disposé au-dessus du bac; on fait ensuite sécher ce sel, sur des plaques en fonte chauffées sur les canaux de la chaudière à vapeur.

L'eau mère de l'opération est mélangée à une nouvelle charge d'acide sulfurique, qui reçoit à son tour les produits gazeux de la colonne.

Le lait de chaux qui est injecté dans l'appareil, doit être préparé avec soin; il ne doit pas contenir de pierres, qui obstrueraient les conduits, et conserver une composition aussi constante que possible.

Pour obtenir ce résultat, on éteint un poids déterminé de chaux grasse de bonne qualité, qu'on tamise pour séparer les pierres et les incuits, puis on l'ajoute à une certaine quantité d'eau contenue dans le malaxeur M, dont les ailettes maintiennent constamment le mélange en mouvement.

On peut ainsi introduire facilement une quantité rigoureusement déterminée de chaux dans la colonne, au moyen d'une pompe dont le débit est constant.

L'appareil de M. Lair permet de traiter environ 50 mètres cubes d'eau vanne par 24 heures, en ne rejetant que des eaux claires et froides, et en extrayant l'ammoniaque des sels fixes.

Les dépôts noirs extraits des débourbeurs étant mis en tas, s'égouttent et se dessèchent facilement, en se décolorant par oxydation; ils ne dégagent point d'odeur, et comme ils sont formés essentiellement de sels de chaux, et qu'ils renferment une très petite quantité de principes fertilisants, notamment de phosphate de chaux, ils peuvent être avantageusement employés dans les cultures voisines des usines de traitement.

Lorsque nous avons visité, il y a quelques années, l'atelier de M. Lair, au dépotoir de Bondy, il y existait quatre appareils permettant de traiter 200 mètres cubes d'eau vanne par vingt-quatre heures.

Les eaux très anciennes qui étaient traitées alors ne renfermaient que 2<sup>sr</sup>,5 d'azote ammoniacal par litre; elles produisaient 11<sup>k</sup>,400 de sulfate d'ammoniaque par mètre cube, et on brûlait 1<sup>k</sup>,800 de houille par kilogramme de sulfate obtenu.

Les eaux épuisées sortant de l'appareil, renfermaient seulement de 0<sup>sr</sup>,06 à 0<sup>sr</sup>,10 d'azote par litre.

Même dans ces conditions défavorables de richesse des eaux, on obtenait le sulfate d'ammoniaque cristallisé directement dans les bacs de saturation, grâce à la lenteur de marche des appareils, et à la présence de l'ammoniaque libre dans le mélange qui, en se dégageant très facilement, entraîne avec rapidité le carbonate d'ammoniaque.

L'appareil que nous venons de décrire, réalise plusieurs avantages importants sur les appareils précédents, au point de vue de l'hygiène publique et de la fabrication de sulfate d'ammoniaque.

Nous devons dire cependant qu'on peut lui reprocher de ne traiter qu'une quantité relativement faible d'eau vanne, eu égard à l'importance de l'appareil, et que la colonne doit être nettoyée souvent, pour éviter les obstructions par les dépôts que forme la chaux.

4<sup>o</sup> APPAREIL SINTIER ET MUHÉ

MM. Sintier et Muhé ont modifié très-heureusement certaines parties de l'appareil précédent.

Ces modifications ne changent en rien la marche des opérations, mais elles permettent d'arriver à un résultat plus parfait.

Elles consistent essentiellement dans la réunion du réchauffeur et du débourbeur, ou (décanteur) en un seul organe; en outre en un mode différent d'emploi de la chaux destinée à dégager l'ammoniaque des sels fixes.

Dans l'appareil Lair, que nous avons décrit précédemment, le débourbeur et le réchauffeur sont distincts; il en résulte que le liquide épuisé, sortant de la colonne, qui ne peut abandonner sa chaleur à l'eau vane, à traiter qu'après décantation dans un appareil spécial, éprouve un refroidissement notable par l'air ambiant; en outre, les boues décantées entraînent de la chaleur, qu'on ne peut récupérer.

Le décanteur-réchauffeur de MM. Sintier et Muhé est disposé en vue de remédier à ces deux inconvénients.

Il se compose de deux corps tubulaires A et B (fig. 5). Le premier, A, qui est un réchauffeur semblable à celui de l'appareil précédent, est composé d'un cylindre en tôle renfermant un faisceau tubulaire, par lequel les capacités inférieure et supérieure sont en communication.

Le second, B, est formé de quatre parties : 1<sup>o</sup> la capacité inférieure sous la plaque tubulaire; 2<sup>o</sup> un premier tronçon cylindrique en tôle portant un cône *b*, dont le sommet est relié à un tuyau coudé terminé à l'extérieur par un robinet *s*, qui permet d'évacuer les boues au fur et à mesure de leur dépôt.

3<sup>o</sup> Un second tronçon cylindrique qui repose sur la base du cône précédent, et qui est constamment ouvert à la partie supérieure, pour faciliter l'enlèvement des boues amassées autour des tubes.

4<sup>o</sup> Un petit récipient supérieur, mis en communication avec la capacité inférieure, par un faisceau tubulaire formé de 25 à 50 tubes.

Ce récipient est disposé au-dessus du cylindre B, pour ne pas gêner le nettoyage extérieur des tubes.

Les eaux vannes injectées par la pompe P traversent le faisceau tubulaire du réchauffeur A, sortent par le tuyau *f* pour remonter dans les tubes des vases B, et se rendent enfin par le tuyau C dans la colonne.

Ces eaux s'échauffent méthodiquement pendant ce trajet, au détriment des eaux résiduaires, qui suivent un chemin en sens inverse.

Ces dernières descendent par le tuyau-siphon *e*, *e*, entrent en *f'* dans le cylindre *p*, se déversent au-dessus du cône *b*, puis pénètrent en *h* dans le réchauffeur A, pour sortir par le tuyau *k*, après refroidissement complet.

La hauteur à laquelle les eaux épuisées arrivent dans le réchauffeur B est telle, que la partie cylindrique *d'* formant le premier tronçon de la colonne, reste toujours pleine aux  $\frac{4}{5}$  environ. La quantité de liquide contenue ainsi dans cette partie est égale à celle en travail dans les plateaux.

Nous avons vu précédemment que l'introduction de la chaux dans les

colonnes occasionnait de nombreuses obstructions, et par suite des nettoyages fréquents,

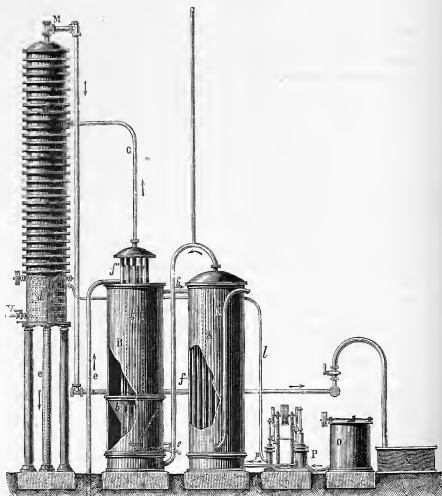


Fig. 5. — Appareil de MM. Sintier et Muhé.

A. B. Réchauffeurs. — *b*. Cône récoltant les boues. — C. Tuyau d'arrivée des eaux vannes chaudes dans la colonne. — D. Colonne. — *d*. Tronçon à lait de chaux. — *e. e.* Siphon de départ des eaux se rendant au déboucheur B par le tuyau *p*. — F. Entrée dans le cylindre *p* du déboucheur. — *f*. Circulation d'eau se rendant vers le réchauffeur B. — K. Sortie d'eau épuisée et froide. — *l*. Injection de lait de chaux. — M. Sortie des vapeurs de la colonne. — O. Mélangeur-délayeur à chaux. — P. Pompe à eau vane. — *p*. Pompe à lait de chaux. — N. Bac à acide. — S. Sortie des boues. — V. Arrivée de vapeur de chauffe dans la colonne.

MM. Sintier et Muhé ont remédié d'une façon parfaite à cet inconvénient. Ils ont, dans ce but, beaucoup augmenté la capacité du premier tronçon *d* de la colonne, dans lequel arrive la vapeur de chauffe par le robinet V; et c'est dans

cette partie de l'appareil qu'on injecte du lait de chaux au moyen d'une pompe *p*, qui le puise dans un délayeur *O*. Le mélange intime de la chaux et des eaux à traiter, est effectué par des agitateurs mécaniques, qu'on voit en ponctué sur la figure.

Les sels ammoniacaux fixes sont ainsi décomposés, sans qu'on ait à craindre d'obstructions dans l'appareil.

Les vapeurs dégagées par la colonne, se rendent par une tuyauterie, dans l'acide sulfurique contenu dans un bac *N*, en bois doublé de plomb.

### 5<sup>e</sup> APPAREIL DE M. BILANGE

Comme nous l'avons vu précédemment chap. II, § 4, M. Bilange s'est proposé de résoudre le double problème, qui se rattache au traitement industriel des matières de vidange, c'est-à-dire de produire des engrais agricoles immédiatement utilisables, et de ne rejeter dans l'air, et dans les eaux résiduaires, que des produits inodores et imputrescibles.

Nous avons donné la description de la première partie du traitement, qu'il a imaginé, c'est-à-dire de la décantation des eaux vannes brutes, et de la fabrication des tourteaux; il nous reste à examiner le procédé de distillation des eaux claires, pour en extraire l'ammoniaque.

La distillation s'effectue sous pression réduite, de façon à abaisser notablement le point d'ébullition du liquide à traiter, et par suite à atténuer les odeurs, qui pourraient se produire encore dans le traitement de ces eaux épurées, comme nous l'avons vu plus haut, et privées des matières organiques capables d'engendrer des odeurs infectes.

Le dispositif adopté, a la plus grande analogie avec l'appareil à triple effet usité dans les sucreries, pour concentrer les jus sucrés.

Il se compose de quatre caisses tubulaires verticales en fonte, hermétiquement closes, chauffées par la vapeur fournie par des générateurs.

Les eaux ammoniacales se trouvent portées dans ces chaudières à une température de 60 à 65 degrés seulement, suffisante pour leur faire abandonner l'ammoniaque qu'elles renferment, grâce à la diminution de pression qu'on maintient à l'aide d'une pompe à air, qui fonctionne pendant toute la durée de l'opération.

Les vapeurs ammoniacales qui se dégagent des chaudières se rendent dans une caisse fermée, en relation avec la pompe à air. Dans cette caisse garnie de plomb, on met des eaux mères d'un traitement précédent, et de temps en temps on y fait arriver de l'acide sulfurique à 55 degrés, tel qu'il est produit dans les chambres de plomb.

On est averti de la nécessité d'introduire de l'acide dans la caisse de saturation, par l'examen d'un échantillon pris au moyen d'une sonde.

Il est nécessaire de n'introduire qu'une faible quantité d'acide à la fois, pour éviter une action trop vive, qui pourrait occasionner des projections.

Les vapeurs ammoniacales, avant de se rendre dans l'acide sulfurique, viennent barboter dans une solution faible de sulfate d'ammoniaque, contenue dans un

vase intermédiaire. Ce vase laveur, qui fonctionne comme vase de sûreté, peut en cas de réparation, remplacer momentanément la caisse de saturation.

Lorsqu'on juge que la charge de sel est suffisante, on cesse d'ajouter de l'acide sulfurique, et on évapore la solution de sulfate, en envoyant la vapeur dans un serpentín disposé à cet effet sur le fond de la caisse ; en même temps on ouvre en grand le robinet du vide. L'évaporation s'effectue ainsi très rapidement, et il convient de ne pas la pousser trop loin, afin d'éviter la prise en masse du sel, ce qui forcerait à le redissoudre pour recommencer la concentration au degré convenable.

Lorsque la liqueur est assez concentrée, on la fait écouler dans un cristalliseur disposé au-dessous. A cet effet, on arrête la vapeur du serpentín, on ferme la communication avec le vase de sûreté et le vide, on fait rentrer l'air dans l'appareil, et enfin on fait écouler la liqueur chaude de sulfate, qui achève de cristalliser par le refroidissement.

Le sel qui se dispose est enlevé au fur et à mesure de sa précipitation, mis à égoutter, et séché.

On voit que par ce procédé on évite les causes d'infections signalées dans la distillation au moyen des colonnes, et contre lesquelles jusqu'ici tous les moyens proposés ont été impuissants, ou reconnus impraticables sur une grande échelle.

On ne peut, à notre avis, que faire un seul reproche à ce mode de traitement, c'est qu'il nécessite un matériel très coûteux, dont l'usure doit être assez rapide.

Néanmoins l'expérience faite pendant un temps assez long, à Bondy, a prouvé l'efficacité de ce procédé, qui satisfait l'hygiène publique, et qui éviterait toute accumulation de matière pâteuse.

#### 6° PROCÉDÉ KUENTZ

M. Kuentz a proposé un mode particulier de traitement des eaux vannes, en vue d'éviter le dégagement des produits infects, qui ont donné lieu à de si nombreuses, et si justes réclamations, surtout à Paris dans ces dernières années.

Les vapeurs qui se dégagent des colonnes de distillation, sont d'ordinaire, comme nous l'avons vu, dirigées dans de l'acide sulfurique à 53 degrés, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate, tandis que les acides carbonique et sulfhydrique, ainsi que la vapeur d'eau, et les produits infects qui les accompagnent, sont envoyés dans la cheminée de l'usine, ou mieux sous un foyer.

Dans ces conditions les produits infects sont dilués dans une masse très considérable d'acide carbonique, provenant de la décomposition du carbonate d'ammoniaque, qui empêche ces produits d'être complètement détruits par la chaleur et par l'oxygène de l'air. Après refroidissement, le mélange gazeux diffusé dans l'atmosphère, et les vapeurs entraînées par le vent, retombent sur le sol à une distance plus ou moins considérable de l'usine qui les a rejetées.

Pour supprimer ces odeurs, M. Kuentz a proposé de retenir l'acide carbonique et l'acide sulfhydrique par la chaux éteinte dans des épurateurs, ce qui rend ensuite très facile la combustion et la destruction complète des produits

odorants, par leur passage à travers un foyer spécial, rempli de coke incandescent et convenablement disposé.

M. Aimé Girard a indiqué, comme moyen efficace pour détruire les produits infects, dégagés pendant la fabrication du sulfate d'ammoniaque, de les faire brûler en les envoyant sur du coke incandescent. Mais ces gaz tels qu'ils sortent des appareils, étant très riches en acide carbonique, sont incombustibles, et ne se détruisent qu'avec une certaine difficulté.

Le procédé de M. Kuentz, s'il permet de résoudre le problème d'une façon complète, nécessite une quantité importante de chaux.

Aussi M. Kuentz a-t-il pensé, pour rendre les opérations plus faciles et plus complètes, à acidifier les vapeurs en vases clos, et, par double décomposition à retenir en grande partie, sinon en totalité l'acide carbonique; les vapeurs incondensables étant enfin dirigées dans un foyer spécial, où elles sont détruites d'une façon complète.

Pour obtenir le sulfate d'ammoniaque par ce procédé, on opère de la façon suivante : On traite par l'acide sulfurique étendu d'eau, du phosphate de chaux de façon à déplacer tout l'acide phosphorique; on sature la liqueur d'acide phosphorique obtenue, par des eaux ammoniacales concentrées, préparées comme nous le verrons plus loin. On obtient ainsi du phosphate d'ammoniaque qu'on évapore.

Le sulfate de chaux précipité, obtenu précédemment dans le traitement du phosphate de chaux par l'acide sulfurique, étant traité par des eaux ammoniacales concentrées, ou par les vapeurs se dégageant des colonnes, donne du sulfate d'ammoniaque qui reste dissous, et du carbonate de chaux, qui se précipite, et qu'on sépare par filtration.

En opérant ainsi, on n'a point de dégagement d'acide carbonique; la neutralisation et l'évaporation des liqueurs s'effectuant en vases clos, les gaz incondensables qui sortent des appareils sont envoyés dans un épurateur à chaux et à oxyde de fer, puis dirigés dans un foyer spécial, où les odeurs sont détruites.

On doit reprocher à ce procédé d'être un peu long, mais il est très rationnel.

#### 7° PROCÉDÉ ET APPAREIL HENNEBUTTE ET DE VAURÉAL

Le procédé de ces messieurs est exploité par la Société anonyme des produits chimiques du Sud-Ouest. Il consiste à traiter directement le *tout venant* par 2 à 3 millièmes de sulfate de zinc et 5 millièmes de sulfate d'alumine, puis à laisser reposer le mélange et à décanner ensuite le liquide clair, qui est envoyé à l'appareil d'extraction des produits ammoniacaux.

Le dépôt est retraité par une nouvelle dose de réactif, et envoyé dans des filtres-presses, par des monte-jus à air comprimé.

On obtient ainsi des tourteaux très consistants, faciles à sécher par simple exposition à l'air ou dans des séchoirs, et des liquides clairs qui sont réunis aux premiers.

Par l'emploi du sulfate de zinc et du sulfate d'alumine, les matières sont

désulfurées, et le précipité gélatineux d'alumine entraîne les matières solides en suspension.

Les tourteaux obtenus ainsi renferment, après dessiccation, 3 à 4 pour 100 d'azote, et environ 5 pour 100 d'acide phosphorique.

L'appareil de traitement imaginé par MM. Ilennebutte et Vauréal est représenté fig. (6); il se compose de trois chaudières parallépipédiques A, B, C, en tôle, faisant corps ensemble, et disposées en cascade.

Les chaudières B et C portent une cloison vertical *b* et *c*, descendant jusqu'à 0<sup>m</sup>,10 du fond, afin de forcer les vapeurs arrivant des chaudières inférieures A et B à barboter dans le liquide des deux premières, et à le maintenir en agitation constante.

A la partie supérieure de l'appareil se trouve un bac rectangulaire D, dans lequel est disposé un condenseur formé par un tube ovale, en tôle E, relié à la chaudière C par un large tuyau *e*. Le tuyau F, qui est la sortie de ce condenseur, porte un clapet de retenue *f*, afin de maintenir un vide relatif dans l'appareil; ce tuyau est relié à une caisse G destinée à recevoir les liquides condensés, et à les déverser à volonté dans une autre caisse H, chauffée directement par la chaudière A, dont la paroi inférieure est commune; un tuyau muni d'un robinet permet de vider cette dernière caisse dans la chaudière B. Enfin les tuyaux *g* et *h* servent au départ des vapeurs ammoniacales, se rendant au bac à acide, où elles sont retenues à l'état de sulfate.

Le bac en tôle K est destiné à recevoir les eaux épuisées sortant de la dernière chaudière; et le bac L, alimenté par les eaux bouillantes décantées, renferme une série de bouillottes en tubes de fer, dans lesquelles circule l'eau vanne brute, qui est ainsi chauffée avant d'entrer dans le bac mesureur M, et ensuite dans la chaudière C. L'appareil fonctionne de la façon suivante :

L'eau vanne à traiter, arrivant d'un réservoir supérieur, remplit la bêche D du condenseur; puis elle descend par le tuyau *d* dans le système de bouillottes, disposées dans le bac L, renfermant les eaux chaudes épuisées, et s'échauffe ainsi environ à 80°. Elle remonte ensuite par le tuyau *m* dans le bac mesureur M, qui est relié par un gros robinet avec la chaudière C; elle passe alors dans cette chaudière, où elle est portée à 90° environ. Elle abandonne alors la plus grande partie des sels ammoniacaux volatils, qui sont vaporisés par le courant de vapeurs mixtes venant des deux autres chaudières. Les vapeurs ammoniacales se rendent dans le condenseur, où elles se refroidissent, diminuent alors de volume, et produisent ainsi un vide relatif, dans l'appareil, permettant à l'ébullition du liquide de se produire à 90° dans la chaudière supérieure C. Lorsque les liquides de la chaudière inférieure A, sont épuisés, on les fait écouler dans le bac de dépôt K; puis le liquide de B vient immédiatement remplir la chaudière A; le liquide de C passe dans B, et enfin la chaudière supérieure reçoit une charge d'eau vanne neuve.

On ajoute de la chaux éteinte dans A par un tampon N, servant à la fois de soupape de sûreté. La proportion de chaux ajoutée, doit être suffisante pour décomposer tous les sels fixes existant naturellement dans l'eau vanne, et ceux provenant des sulfates de zinc et d'alumine, employés au traitement des matières.

Lorsque les chaudières sont ainsi chargées, on recommence une nouvelle opération.

Le chauffage de l'appareil s'effectue à l'aide d'un jet de vapeur, arrivant dans le liquide de la chaudière inférieure A. Les vapeurs dégagées de cette chaudière traversent successivement les liquides contenus dans les deux autres, qui se trouvent ainsi dépouillés méthodiquement de leurs produits ammoniacaux.

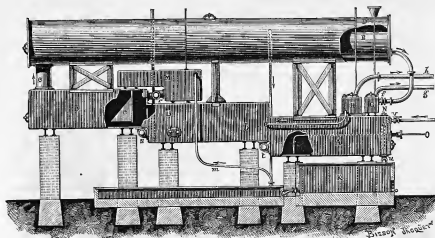


Fig. 6. — Appareil de MM. Hennebutte et Vauréal.

- A. B. C. — Chaudières parallélépipédiques en tôle.
- D. — Bâche en tôle recevant l'eau vanne brute qui sert à refroidir le condenseur E.
- d. — Tuyau conduisant l'eau vanne au réchauffeur L.
- E. — Tuyau ovale en tôle servant de condenseur.
- e. — Tuyau d'arrivée des vapeurs dans le condenseur.
- F. — Sortie des vapeurs ammoniacales et des eaux concentrées, produites dans le condenseur E.
- f. — Clapet de retenue.
- G. — Caisse à eau concentrée.
- H. — Caisse de distillation de l'eau concentrée.
- g. h. — Départ des vapeurs ammoniacales se rendant au bac à acide sulfurique.
- K. — Bac recevant les eaux épuisées et troubles.
- L. — Réchauffeur recevant les eaux décantées bouillantes et permettant d'élever à 80° la température de l'eau vanne brute.
- M. — Bac mesureur recevant les eaux chaudes par le tuyau m, et les envoyant ensuite par le robinet r dans la chaudière c.
- m. — Tuyau d'arrivée de l'eau vanne dans le mesureur.
- N. — Tampon permettant l'introduction de la chaux.
- O. — Racleur pour nettoyer le fond de la chaudière n.
- s. t. u. — Robinet pour vider les chaudières C. B. A.
- V. — Robinet de vapeur de chauffe.

Les liquides condensés dans le réfrigérant, sont très riches en ammoniacque et en carbonate d'ammoniacque; ils sont recueillis dans le vase G, puis de là ils s'écoulent dans le vase H, tandis que les vapeurs ammoniacales se rendent par le tuyau g, au bac à acide.

Les eaux concentrées se trouvent chauffées dans la caisse H, dont le fond



est formé par la paroi même de la chaudière A; elles abandonnent ainsi la plus grande partie de leurs produits ammoniacaux, qui vont par le tuyau *h* se condenser dans l'acide sulfurique. Les eaux épuisées, sont écoulées par un tuyau dans la chaudière B.

Un appareil de ce genre a été installé à Villejuif près Paris. Un autre fonctionne à Fribourg en Brisgau (Baden), et permet de traiter 25 mètres cubes d'eau vanne claire par 24 heures, en produisant du sulfate d'ammoniaque cristallisé dans le bac de saturation.

#### 1° APPAREIL CHEVALET.

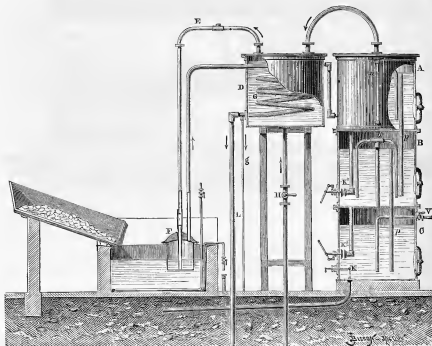


Fig. 7. — Appareil Chevalet.

- A. B. C. — Chaudières en tôle préservées du refroidissement extérieur par un garnissage en bois, maintenu par des cerceaux en fer.
- D. — Bac en tôle rempli d'eau vanne, dans lequel est disposé le serpentin G.
- E. — Tuyau conduisant les vapeurs ammoniacales dans l'acide sulfurique.
- F. — Cloche pour récolter les vapeurs et gaz incondensables.
- G. — Serpentin réfrigérant.
- g. — Tuyau d'écoulement des liquides condensés dans le serpentin G.
- H. — Robinet d'arrivée de l'eau vanne à traiter.
- K. K'. K''. — Robinets ou soupapes de vidange des trois chaudières.
- n. n. — Niveaux d'eau, permettant d'apprécier la hauteur des liquides dans les chaudières.
- p. p. — Tuyaux de trop plein limitant le niveau des liquides dans les chaudières A et B.
- L. Tuyaux conduisant les gaz incondensables sous un foyer.
- M. — Serpentin de vapeur permettant de concentrer la dissolution de sulfate, et de l'amener à cristallisation.

Les appareils précédents ne traitent que des eaux vannes à peu près claires,

M. Chevalet a imaginé un appareil qui permet de traiter des eaux troubles, et même du *tout-venant*, en ne consommant que la quantité de chaux nécessaire pour décomposer les sels fixes.

Cet appareil, représenté fig. 7, se compose de trois chaudières cylindriques en tôle A, B, C, superposées, dans lesquelles on fait passer successivement les matières à épuiser.

Dans chacune de ces chaudières sont disposés des tuyaux barboteurs *b, b*, qui amènent les vapeurs de la chaudière inférieure C; et des tuyaux de trop-plein *p, p*, qui maintiennent les niveaux constants dans les deux chaudières supérieures, en assurant un écoulement continu des liquides dans la dernière.

La vapeur d'un générateur, arrivant par un tuyau V, porte à l'ébullition le liquide de cette chaudière; les vapeurs mixtes ainsi produites se rendent dans B par les barboteurs *b* à branches multiples, s'enrichissent ainsi en produits ammoniacaux, et arrivent ensuite dans la chaudière A. Les vapeurs progressivement enrichies sont envoyées dans le bac D, renfermant des eaux neuves, qu'elles échauffent en se condensant partiellement. Elles se rendent enfin par le tube E dans l'acide sulfurique, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate, tandis que la vapeur d'eau, l'acide carbonique, et les produits infects-incondensables, se trouvent récoltés sous la cloche F.

Ces produits passent dans le serpentin G, refroidi par les eaux vannes dans lequel la plus grande partie de la vapeur d'eau entraînée se condense. Le liquide ainsi produit s'écoule par le tuyau *g*, tandis que les gaz sont envoyés par L sous la grille d'un foyer, pour être détruits.

Dans la troisième chaudière C, on injecte au moyen d'une pompe une quantité de lait de chaux représentant 6 à 7 kilog. de chaux réelle par mètre cube d'eau vanne traitée, qui est nécessaire pour décomposer les sels fixes.

A l'aide d'un serpentin de vapeur, on concentre la solution de sulfate d'ammoniaque, de façon à obtenir du sel cristallisé, qui est pêché et égoutté sur une table inclinée.

Toutes les heures, on fait par la soupape K écouler à l'extérieur les produits épuisés de la chaudière C; on fait aussitôt descendre par K' dans celle-ci les produits de B, et enfin on fait écouler par K'' dans B les produits de A. Cette dernière chaudière est remplie à son tour, en ouvrant le robinet H, qui permet à l'eau vanne froide, venant d'un réservoir supérieur, de déplacer le liquide chaud contenu dans D, et de le faire passer dans la chaudière A.

Les eaux épuisées méthodiquement de leurs sels volatils sont, comme on le voit, traitées ensuite par la chaux pour opérer la décomposition des sels ammoniacaux fixes; et elles ne sont rejetées qu'après une longue ébullition, qui permet de les épuiser d'une façon aussi complète que possible.

Les eaux résiduaires bouillantes passent dans un appareil, où elles abandonnent aux eaux à traiter la plus grande partie de leur chaleur.

Lorsqu'on traite des eaux vannes très troubles ou du *tout-venant*, on doit envoyer les eaux résiduaires dans des caniveaux, pour qu'elles laissent déposer les matières en suspension. On peut aussi, plus simplement, les faire passer au filtre-pressé. On obtient ainsi des tourteaux qui renferment, lorsqu'ils sont secs, de 5 à 6 p. 100 d'acide phosphorique et de 2 à 3 p. 100 d'azote. La filtration

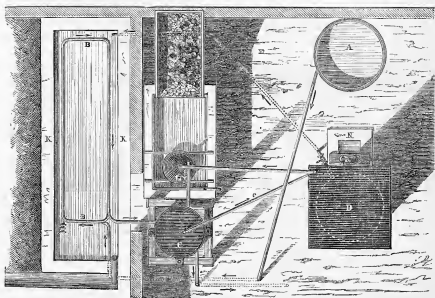
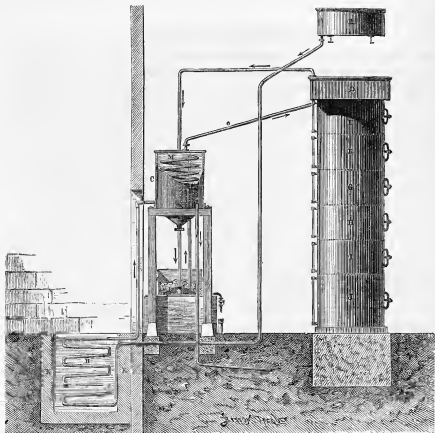


Fig. 8. — Installation générale d'un grand appareil Chevalet.

A. Réservoir à eau vaine. — B. Réchauffeur. — C. Bâche du serpent. — c. Tuyau d'arrivée de l'eau vaine dans la colonne. — D. Réchauffeur et brise-mousse. — E. Chaudière supérieure. — F, G, H, I, J. Chaudières. — K. Citerne recevant les eaux épuisées. — L. Cloche pour récolter les vapeurs et gaz non retenus par l'acide. — M. Serpentin réfrigérant des vapeurs et gaz non retenus par l'acide. — N. Pompe à lait de chaux.

se fait très-facilement, la chaux ayant modifié les matières albuminoïdes, et la dessiccation des tourteaux est très rapide.

Les eaux claires sont jaunâtres ; elles ne renferment que des sels de potasse et de soude, et une très faible quantité d'azote ammoniacal, variant de 3 à 5 dix-millièmes. On peut sans inconvénient les écouler dans les cours d'eau.

Un appareil Chevalet dont les chaudières ont 0,80 de diamètre et 0,80 de hauteur, permet de traiter 4000 litres d'eaux vannes par 24 heures.

Les grands appareils de ce système sont formés de cinq à six chaudières superposées, ayant jusqu'à 5 mètres de diamètre et 0,75 de hauteur. A la partie supérieure se trouve le réchauffeur, qui sert également de brise-mousses, dans lequel passent les eaux vannes avant d'entrer dans la première chaudière.

Cet ensemble présente extérieurement l'aspect d'une véritable colonne distillatoire ordinaire.

La figure 8 représente la disposition générale d'un de ces grands appareils.

L'eau vanne à traiter est élevée dans le réservoir A, elle descend dans un réchauffeur B, plongé dans l'eau vanne épuisée et bouillante ; puis elle monte dans la bûche C, et se rend par le tuyau c. dans le brise-mousse D, où elle se trouve en contact avec la vapeur sortant de la dernière chaudière E. Elle descend ensuite successivement et par intermittence dans chacune des chaudières F, G, H, I, J, en s'épuisant méthodiquement.

Enfin dans la dernière elle reçoit la quantité de chaux nécessaire à la décomposition des sels fixes, et est écoulee, après épuisement, dans la citerne K, d'où elle est dirigée soit dans les caniveaux de dépôt, soit dans un filtre-pressé, pour séparer les matières solides en suspension.

Les vapeurs sortant de la chaudière supérieure sont enrichies dans le réchauffeur D, et se rendent dans le bac à acide sous la cloche L. Les produits ayant échappé à la condensation remontent dans le serpentín M, où la vapeur est condensée, tandis que les gaz vont se brûler sous un foyer.

D'après M. Chevalet, avec les appareils de son système traitant de 50 à 100 mètres cubes d'eau vanne par jour, on dépense de 25 à 30 kilog. de houille, et de 4 à 6 kilog. de chaux par mètre cube d'eau traitée ; on extrait de 90 à 95 p. 100 de l'ammoniaque contenue dans les eaux vannes.

Avec les appareils traitant de 10 à 12 mètres cubes par 24 heures, on doit compter de 35 à 40 kilog. de houille, et naturellement la même proportion de chaux.

Des appareils de ce système, traitant le tout-venant, sont installés dans un grand nombre de villes, notamment à Dijon, au Havre, à Lyon, à Nice, à Nanterre, à Reims, à Saint-Quentin.

Les appareils Chevalet s'appliquent également, comme nous le verrons plus loin, au traitement des eaux ammoniacales du gaz.

## 2° APPAREIL PAUL MALLET.

M. Paul Mallet a installé en 1881, à l'usine de la Société Bordelaise de vidanges et engrais, à La Tresne, près de Bordeaux, un appareil pour le traitement des eaux vannes troubles et du tout-venant, en vue de la fabrication du sulfate d'ammoniaque.

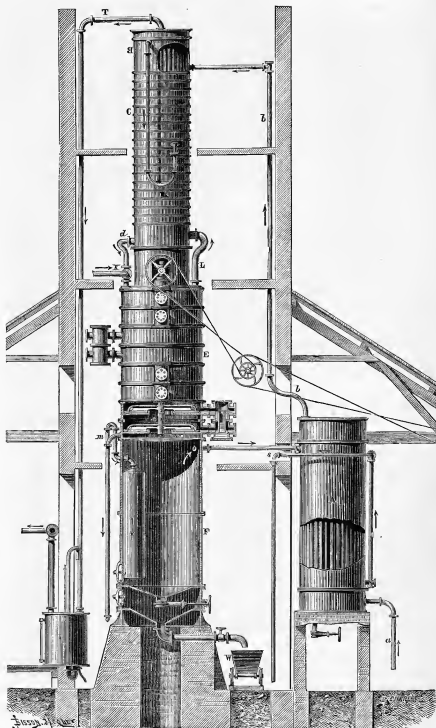


Fig. 9. — Appareil P. Mallet.

Cet appareil est caractérisé par l'agitation mécanique et constante des matières avec la chaux, pendant leur trajet dans une colonne d'épuisement, après le départ des sels volatils.

La figure 9 représente, partie en coupe, et partie en élévation, cet ingénieux appareil.

Il est essentiellement composé de 5 parties principales qui sont, en suivant la marche des produits à traiter :

1° Un réchauffeur tubulaire A.

2° Un analyseur tubulaire, des vapeurs B.

3° Une colonne en fonte C de 1<sup>m</sup>,40 de diamètre, du système Champonnois, fonctionnant, pour la portion supérieure comme analyseur, et à partir de l'arrivée des matières par le tuyau c, comme déflégmateur.

Cette colonne est supportée par un socle à larges fenêtres D, qui repose sur la colonne à agitateur E.

4° Une colonne de 2 mètres de diamètre, à plateaux, sur chacun desquels se meut un agitateur mécanique calé sur un arbre vertical e, mis en mouvement par une paire de roues dentées.

5° Un débourbeur F, à double fond, du système Antony, permettant la décantation des matières épuisées.

Les produits boueux sont vidés dans des wagonnets W, tandis que les liquides bouillants et clairs vont au réchauffeur A, pour s'écouler ensuite au dehors par le tuyau S, après refroidissement complet.

L'ensemble de l'appareil fonctionne de la façon suivante : Les matières de vidanges sont puisées par des pompes, et refoulées par le tuyau a dans le réchauffeur A, dont elles traversent les tubes, en refroidissant les eaux épuisées qui circulent en sens inverse, avant de sortir par le tuyau S. Les matières remontent ensuite par un tuyau de 10 centimètres de diamètre b, dans l'analyseur B, autour des tubes duquel elles s'échauffent encore davantage, par les vapeurs sortant du rectificateur C.

Elles sortent ensuite de l'analyseur par le tuyau-siphon c, pour entrer dans la colonne C (au dixième tronçon), qu'elles parcourent méthodiquement de haut en bas ; elles s'écoulent de cette colonne par le tuyau d, pour pénétrer dans la colonne E à agitateurs mécaniques.

Pendant ce trajet, les sels ammoniacaux volatils sont entraînés par le courant de vapeur venant de la colonne inférieure E, par le tuyau L.

Les vapeurs traversent le rectificateur C, où elles s'enrichissent en produits ammoniacaux, puis l'analyseur, où elles abandonnent une dernière portion de l'eau entraînée ; enfin, elles se rendent par le tuyau T, au bac à acide sulfurique où s'effectue la saturation.

Les gaz incondensables sont comme à l'ordinaire envoyés sous la grille d'un foyer, où ils sont détruits.

Avant leur entrée dans la colonne E par le tuyau d, les matières privées de leurs sels volatils sont additionnées de lait de chaux, qui est injecté au moyen d'une pompe dans le tuyau K, pour décomposer les sels fixes.

La proportion de chaux est de 8 kilog. par mètre cube de matière traitée.

Le mélange descend de plateau en plateau, comme dans une colonne ordi-

naire; mais en outre, il est constamment remué par les agitateurs disposés sous les calottes de chacun des plateaux, faisant corps avec elles, et mis en mouvement par l'arbre vertical *c*.

Enfin, les produits épuisés, mélangés de chaux et de sels de chaux, sortent de la colonne *E* par le tuyau-siphon *m*, et entrent aussitôt dans le débourbeur *F*, par un large tube plongeur.

Le dépôt des matières solides en suspension s'effectue rapidement, grâce à l'énorme diminution de vitesse qu'éprouve le mélange en pénétrant dans le débourbeur qui a 2 mètres de diamètre, et en outre, à l'état des matières albuminoïdes qui ont été coagulées par la chaux.

Le liquide clair qui surnage le dépôt, s'écoule par simple différence de niveau dans le réchauffeur *A*, qu'il traverse en sens inverse des matières neuves, auxquelles il cède sa chaleur.

Il sort enfin parfaitement clair et froid, par le tuyau *S* et s'écoule à l'égout.

Les dépôts sont enlevés de temps en temps du débourbeur *F*, en manœuvrant les deux valves du double fond. Ils sont reçus directement dans des wagonnets, et emmenés hors de l'atelier. On peut les faire passer rapidement au filtre-pressé pour obtenir des tourteaux faciles à sécher, et du liquide clair qui est rejeté. Le chauffage de tout cet appareil se fait par injection directe de la vapeur venant d'un générateur, par un tuyau *V*, de 50 millimètres de diamètre, qui pénètre au bas de la colonne à agitateurs.

L'appareil que nous venons de décrire permet de traiter 65 mètres cubes d'eau vaine trouble, ou de tout-venant, par 24 heures. Il ne nécessite pas de nettoyages fréquents, et produit un épuisement très-parfait des matières.

Pour pouvoir effectuer facilement le nettoyage de la colonne à agitateurs, M. Mallet a disposé, comme le montre la figure, dans des tubulures en saillie, tous les tuyaux plongeurs de descente des matières.

De cette façon, en ouvrant de simple regards, on peut nettoyer rapidement les tuyaux et ajutages, qui seuls pourraient se boucher.

Ces tubulures, disposées de façon à ne gêner le nettoyage d'aucun tronçon, permettent de visiter la colonne avec une très-grande rapidité.

Cette ingénieuse disposition ne manquera pas, sans doute, de trouver son application dans d'autres industries où s'effectue la distillation de matières pâteuses.

Des appareils semblables à celui que nous venons de décrire fonctionnent, depuis plusieurs années déjà, d'une façon très-régulière, en donnant d'excellents résultats.

### 5<sup>e</sup> APPAREIL LENCAUCHEZ.

Cet appareil est destiné à opérer le traitement des matières de vidange sous une pression, de beaucoup inférieure à celle de l'atmosphère, et à obtenir soit du sulfate, soit du chlorhydrate d'ammoniac, soit même de l'alcali brut.

Le tout-venant est préparé comme nous l'avons indiqué chap. II, § 1, selon le procédé de M. Lencauchez, de façon à être rendu homogène et fluide. L'appareil se compose essentiellement de deux parties distinctes; l'une dans

laquelle les eaux vannes sont soumises, sous pression réduite, à l'action de la vapeur, afin de faire dégager les gaz dissous et les sels ammoniacaux volatils, qui sont aussitôt transformés, soit en sulfate, soit en chlorhydrate; l'autre,

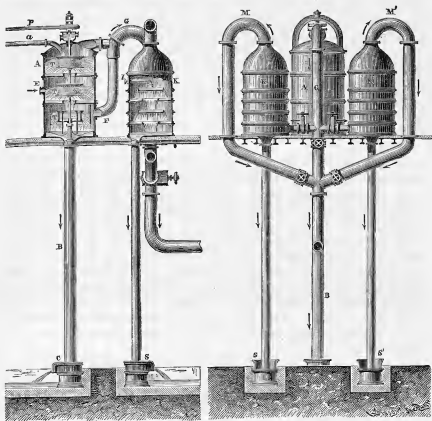


Fig. 10. — Appareil Lencauchez.  
Chambres barométriques et saturateurs.

- A. — Chambre barométrique.
- a. — Arrivée d'eau vane.
- B. — Colonne en fonte supportant la chambre A et servant au départ de l'eau vane épuisée.
- C. — Siphon pour la sortie constante de l'eau vane.
- E. — Arrivée de vapeur de chauffe.
- F, G. — Tuyaux conduisant les vapeurs vers l'un des saturateurs, en relation avec les pompes à air.
- KK. — Appareils saturateurs.
- l, l. — Arrivée d'acide.
- M, M. — Tuyaux emmenant les vapeurs et les gaz incondensables aux pompes à air.
- T, T, T. — Turbines pulvérisant les liquides.
- S, S, S'. — Cuvettes-siphons pour la sortie des liqueurs de sels ammoniacaux.

où les eaux vannes ainsi traitées sont chauffées avec de la chaux, pour mettre en liberté l'ammoniaque des sels fixes, coaguler les matières albumineuses, et rendre ainsi leur dépôt ultérieur facile et rapide.



Nous allons examiner rapidement les diverses parties de cet appareil, conçu d'une façon fort ingénieuse.

La première partie, désignée sous le nom de chambre barométrique, est représentée fig. 10; elle est formée d'un cylindre en tôle A de 2<sup>m</sup>,20 de diamètre, et de 5<sup>m</sup>,40 de hauteur, disposé à la partie supérieure d'une colonne verticale en fonte B, de 10 mètres environ de hauteur, terminée par un siphon inférieur c, servant au départ des liquides épuisés.

Cette capacité est appelée chambre barométrique, parce qu'un vide assez considérable peut y être maintenu par des pompes à air, enlevant continuellement les gaz et les vapeurs dégagés par les eaux vanes; ce mélange passe dans une autre capacité, où se fait la saturation de l'ammoniaque par l'acide sulfurique, tandis que les eaux épuisées peuvent s'écouler librement à l'extérieur, par la partie inférieure de la colonne liquide, faisant équilibre à la pression atmosphérique.

Cette chambre est divisée en trois compartiments, dans chacun desquels se trouve une petite turbine centrifuge T, fixée sur un même axe vertical, mis en mouvement par une poulie extérieure p. Ces turbines sont destinées à diviser l'eau vane en pluie, pour faciliter le dégagement des produits volatils qu'elle renferme.

L'eau vane à traiter, arrivant par la tubulure a, s'écoule dans la première turbine, qui la projette contre les parois de la chambre; le liquide rassemblé sur le premier diaphragme horizontal s'écoule dans la deuxième turbine, où une pulvérisation semblable s'effectue; puis le liquide, rassemblé sur le deuxième diaphragme, tombe dans la troisième turbine, où une dernière pulvérisation est produite. Enfin l'eau vane, dépouillée de gaz et de sels ammoniacaux volatils, s'écoule librement par la colonne B dans la cuvette de décharge C.

La vapeur d'échappement des machines de l'usine, arrivant par la tubulure E, provoque l'ébullition de l'eau vane, et se condense en grande partie. Enfin le vide partiel est maintenu constant dans l'appareil, par le jeu d'un système de trois pompes à air, en communication avec la chambre barométrique.

Comme on le voit, les gaz et les produits ammoniacaux volatils sont extraits des eaux vanes dans cet appareil: 1° par l'élévation de température produite par la vapeur d'échappement des machines; 2° par l'action d'un vide relatif; 3° par la division des liquides en pluie fine, au moyen des turbines.

Les vapeurs et les gaz sortant de la chambre barométrique par les tubulures F et G, traversent un appareil saturateur, établi sur le même principe que le précédent, mais ayant des dimensions moindres.

On peut, comme le montre la figure, accoupler deux de ces saturateurs KK' fonctionnant alternativement.

Chacun d'eux se compose d'un grand cylindre K de 1<sup>m</sup>,75 de diamètre, portant une série de diaphragmes horizontaux, servant à faire couler l'acide en nappes minces, qui se trouvent traversées par le courant gazeux cheminant en sens inverse, et se dirigeant vers les pompes à air.

Le volume de l'acide envoyé dans l'appareil saturateur, et la durée de son

contact avec les gaz, sont calculés de telle sorte que tous les produits ammoniacaux soient retenus, et que l'acide soit saturé.

La liqueur de sulfate d'ammoniaque obtenue ainsi s'écoule par la partie inférieure de l'appareil, terminée par un siphon S, et se rend dans un bac où elle est évaporée à cristallisation. Le tube M ou le tube M', selon le saturateur en fonction, emmène la vapeur en excès, les acides sulfhydrique et carbonique, et les gaz, aux pompes à air, qui les refoulent dans un vase refroidi, où la condensation de la vapeur s'effectue, tandis que les gaz incondensables sont envoyés sous la grille d'un foyer.



Fig. 11. — Appareil Lencaveux.  
Coupe verticale de la chaudière de décomposition des sels fixes.

- A. — Cylindre en tôle où se fait la décomposition des sels fixes par la chaux.
- a. — Arrivée de l'eau vanne.
- A. — Colonne à cascades dans le bas et à plateaux dans le haut.
- c. c. — Cloisons fixes en tôle.
- d. d. — Disques en tôle fixes sur l'arbre des agitateurs.
- E. — Arrivée du lait de chaux.
- m. m. — Agitateurs mécaniques.
- S. — Siphons pour la sortie de l'eau vanne épuisée.

Les eaux condensées, renfermant encore une petite quantité de produits ammoniacaux qui ont échappé à l'action de l'acide, sont envoyées dans l'appareil à réaction avec la chaux, où elles sont traitées avec les eaux vannes sortant de la chambre barométrique.

La seconde partie de l'appareil de traitement des eaux vannes, destinée à la décomposition des sels fixes, est presque identique à l'appareil représenté page 84, fig. 25. Elle se compose d'un cylindre horizontal de trois mètres de diamètre et de dix mètres de longueur fig. 11, traversé dans toute sa longueur par un arbre à palettes mû mécaniquement, pour effectuer le mélange intime des eaux avec le lait de chaux. Cet arbre porte 7 disques, afin de ralentir la marche des vapeurs.

Le cylindre est divisé en huit chambres, au moyen de sept cloisons c c c perpendiculaires à l'axe, et équidistantes les unes des autres comme le montre la fig. 11;

la première du côté gauche, arrive jusqu'au milieu du cylindre, en partant de la génératrice supérieure, tandis que les suivantes ont chacune 0<sup>m</sup>,15 de moins que la précédente. Dans le deuxième compartiment, débouche un tuyau V, qui amène la vapeur d'échappement d'une ou de plusieurs machines; enfin au-dessus de la dernière chambre, se trouve une colonne distillatoire à plateaux en fonte.

Pour éviter les engorgements, qui pourraient résulter des projections de matières entraînées par l'ébullition, on a établi les premiers tronçons de cette colonne, libres, sans calottes.

La partie supérieure de la colonne fig. 25 est reliée avec deux serpentins rétrogradeurs *cc'*, auxquels fait suite un réservoir destiné à recueillir l'alcal brut.

Si l'on veut fabriquer du sulfate, les serpentins étant moins fortement refroidis, on doit envoyer les vapeurs ammoniacales sortant du dernier serpent, dans l'acide sulfurique contenu dans un bac en bois doublé de plomb.

Les eaux vannes sortant de l'appareil d'extraction des gaz et des sels volatils, que nous avons décrit plus haut, sont envoyées en A dans le troisième tronçon de la colonne fig. 11; elles descendent en nappes minces, et arrivent dans le cylindre F, où elles se mélangent avec du lait de chaux.

L'ammoniaque des sels fixes, mise en liberté, se dégage peu à peu dans chacune des chambres, et passe successivement de l'une à l'autre en barbotant dans une nappe d'eau vane chargée de chaux, dont l'épaisseur de 0<sup>m</sup>,15 est limitée par la hauteur des cloisons.

Les vapeurs ammoniacales, mélangées de vapeur d'eau, s'élèvent dans la colonne en s'enrichissant peu à peu; puis elles traversent successivement les deux serpentins réfrigérants, où elles abandonnent la plus grande partie de l'eau, qui rétrograde à la colonne. Enfin, les produits gazeux sortant du dernier serpent sont envoyés dans l'acide sulfurique, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate.

Les eaux vannes épuisées méthodiquement, en parcourant les divers compartiments de l'appareil, en sens inverse des vapeurs, s'écoulent enfin par le tube siphon S, pour se rendre dans un grand bassin, où elles laissent déposer les matières en suspension.

Les eaux vannes mettent une demi-heure environ à traverser l'appareil, et s'épuisent ainsi d'une façon graduelle et parfaite; les produits gazeux barbotant peu à peu, à travers les divers compartiments chargés de chaux en excès.

## CHAPITRE III

### EXTRACTION DES PRODUITS AMMONIACAUX DES EAUX DU GAZ

#### § I. EAUX AMMONIACALES. LEUR DÉCANTATION.

La distillation de la houille en vases clos, pour la fabrication du gaz de l'éclairage, est, comme nous l'avons dit précédemment, une des sources les plus importantes de produits ammoniacaux.

La houille donne, dans ces conditions, du gaz, des produits condensables, du goudron, des eaux ammoniacales, et un résidu solide, le coke, qui reste dans les cornues.

Dans les usines à gaz, on considère comme un rendement exceptionnel l'obtention de 10 kilog. de sulfate d'ammoniaque par tonne de houille distillée, représentant 0,21 pour 100 de ce poids d'azote; tandis que les houilles françaises renferment en moyenne 1 pour 100 de leur poids d'azote et les houilles anglaises jusqu'à 2 pour 100.

On est donc bien loin d'obtenir la quantité d'ammoniaque correspondant à l'azote contenu dans la houille.

M. Forster a récemment démontré que le coke retenait de l'azote, et qu'en outre, pendant la distillation de la houille, une certaine proportion d'azote se dégageait à l'état libre.

Les essais de M. Forster ont été faits sur une houille renfermant 1,75 pour 100 d'azote, donnant 74,46 de coke et 25,54 de matières volatiles.

La quantité d'azote contenue dans le goudron, a été reconnue extrêmement faible.

La répartition de l'azote dans les divers produits de la distillation a été la suivante :

Azote à l'état d'ammoniaque.	0,251	soit 0/0 de l'azote contenu	14,50
— à l'état de cyanogène. . .	0,027	—	1,56
— restant dans le coke . . .	0,842	—	48,68
— non retrouvé, et dont la			
presque totalité était dans le gaz.	0,610	—	35,26
Totaux.	1,750		100,00

Le rendement de 0,21 pour 100 de l'azote de la houille, obtenu à l'état

d'ammoniaque dans les meilleures installations, est comme on le voit, très près de 0,251 obtenu par M. Forster.

On n'est pas fixé sur la nature de la combinaison que forme l'azote dans le coke; mais il n'est pas invraisemblable de penser qu'il est à l'état de cyanogène polymérisé, c'est-à-dire à l'état de véritable azoture de carbone.

L'action de la chaux sodée sur le coke permet d'obtenir à l'état d'ammoniaque tout l'azote qu'il renferme.

Les eaux de condensation et de lavage du gaz renferment la presque totalité de l'ammoniaque produite par la distillation de la houille, le goudron n'en contenant qu'une proportion négligeable, après départ de l'eau ammoniacale qu'il retient en suspension, en sortant des appareils.

Le goudron et les eaux ammoniacales sont arrêtés dans les réfrigérants et dans les condenseurs, dits colonnes à coke.

Le traitement du goudron ne peut se faire sur des quantités relativement faibles, aussi doit-on, dans la plupart des cas, l'expédier à des établissements spéciaux, dans lesquels on le transforme en produits commerciaux, benzines, benzols, huile lourde, naphthaline, anthracène, brais gras ou sec.

Quant aux eaux ammoniacales, qui ont une faible valeur, elles ne peuvent supporter de frais de transport; aussi sont elles toujours traitées sur place, dans des appareils simples et peu coûteux.

Les eaux ammoniacales sortant des appareils de condensation sont mélangées au goudron; c'est par le repos dans de grands réservoirs en tôle, ou dans de grandes citernes en maçonnerie, qu'on en permet la séparation, et que l'eau ammoniacale peut ensuite être décantée, pour être envoyée aux appareils de traitement.

Cette décantation présente une très grande importance, au point de vue de la fabrication des produits ammoniacaux, car lorsque les eaux entraînent du goudron, elles se travaillent mal, dégagent des vapeurs carburées odorantes, et incondensables dans l'acide employé pour saturer les vapeurs ammoniacales; il en résulte un traitement irrégulier et des plaintes des habitants du voisinage.

Il y a une dizaine d'années, la Compagnie Parisienne du gaz a ainsi soulevé des plaintes très-vives de la part des habitants des environs de l'usine de Vaugirard, où la décantation des eaux ammoniacales était alors imparfaite.

A la suite de ces plaintes, et sur l'avis du Conseil d'hygiène publique et de salubrité du département de la Seine, la Compagnie Parisienne d'éclairage et de chauffage par le gaz fut invitée à prendre des mesures propres à assainir les ateliers de Vaugirard et à faire cesser un état de choses préjudiciable à la salubrité publique.

Pour se conformer aux prescriptions de l'administration, la Compagnie Parisienne a fait établir des appareils de décantation, à l'aide desquels elle est parvenue à donner complète satisfaction aux exigences de la salubrité, en ne mettant en traitement que des eaux ammoniacales limpides, et débarrassées de matières goudronneuses.

Les nouvelles dispositions adoptées alors dans l'usine de Vaugirard, ont eu pour but, ainsi qu'il a été consigné dans le rapport du conseil d'hygiène

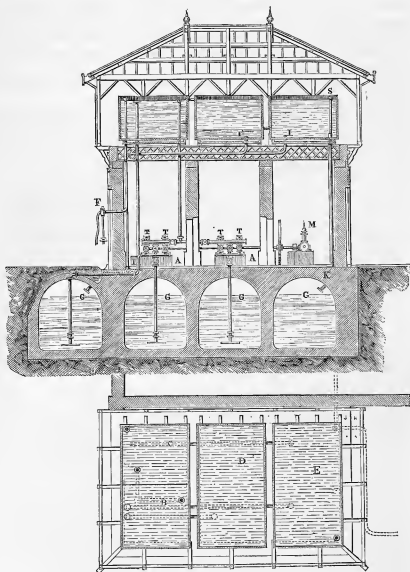


Fig. 12. — Plan et coupe verticale des citernes et réservoirs de décantation des eaux ammoniacales de l'usine de Vaugirard.

- A, A. — Pompes puisant le mélange de goudron et d'eau ammoniacale dans les citernes G, G, et le refoulant dans les réservoirs supérieurs.  
 B, C, D, E. — Réservoirs communiquant entre eux à la partie supérieure, permettant d'effectuer la décantation des eaux.  
 F. — Tuyau et robinet pour l'écoulement du goudron dans les cylindres de transport.  
 G, G. — Citernes voûtées en maçonnerie, recevant le mélange de goudron et d'eau ammoniacale.  
 K. — Tuyau permettant de renvoyer dans les citernes inférieures, G, G, la petite quantité de goudron accumulée à la partie inférieure des réservoirs.  
 M. — Machine à vapeur actionnant les pompes.  
 S. — Prise d'eau ammoniacale destinée au traitement.  
 T, T. — Soupapes de refoulement des pompes.

publique et de salubrité, rédigé par M. Combes, inspecteur général des Mines :

1° De séparer aussi bien que possible le goudron des eaux ammoniacales, avant d'amener celles-ci dans les chaudières, où elles sont soumises à une distillation avec addition de chaux ;

2° De prévenir l'émission de vapeurs ammoniacales, lorsque la chaux est introduite, et mélangée avec le liquide au moyen d'un agitateur ;

3° De prévenir le dégagement, dans l'atelier, des vapeurs empyreumatiques des bacs à acide sulfurique qui reçoivent les produits de la distillation, en faisant échapper ces vapeurs par l'une des grandes cheminées de l'usine, dont les parois sont constamment à une température très élevée (au-dessus du rouge sombre).

Pour effectuer la séparation du goudron, les eaux ammoniacales sortant des réfrigérants, sont envoyées dans de grandes citernes en maçonnerie G, G, fig. 12, formant le sous-sol d'un bâtiment spécial, à la partie supérieure duquel sont placés quatre grands réservoirs protégés par une toiture.

Au rez-de-chaussée se trouvent des pompes AA, destinées à puiser le mélange d'eau et de goudron dans les citernes G, et à l'élever dans les réservoirs supérieurs.

Une machine à vapeur M commande ces pompes. Les quatre réservoirs B, C, D, E communiquent entre eux par la partie supérieure; le liquide refoulé par les pompes dans le réservoir B, passe successivement dans les réservoirs C, D et E. Pendant ce trajet la décantation s'opère peu à peu; la majeure partie du goudron est arrêtée dans les deux premiers bacs B et C. tandis qu'une très faible quantité se dépose dans les deux autres.

L'eau ammoniacale, dépouillée à peu près complètement de goudron, est puisée à la surface du dernier réservoir E; elle descend par un tuyau en fonte S, pour se rendre aux vases de jauge établis à la partie supérieure de chaque batterie de chaudières de traitement.

Le goudron qui s'est rassemblé au fond des deux premiers réservoirs, est extrait par le robinet F, et reçu directement dans les cylindres en tôle, qui permettent son transport à l'usine de traitement de la Villette.

La petite quantité de goudron qui s'est déposée dans les deux derniers bacs D et E est envoyée dans les citernes inférieures G, G par les tuyaux I, I', K.

En procédant ainsi, on obtient d'une façon régulière des eaux ammoniacales claires, qui, étant bien purgées de goudron, se travaillent facilement.

## § II. FABRICATION DU SULFATE D'AMMONIAQUE.

### 1° APPAREIL A. MALLET.

Les matières azotées de la houille, étant décomposées par la chaleur, pendant la fabrication du gaz de l'éclairage, produisent du cyanogène, de l'azote libre, des carbonate, acétate, chlorhydrate, sulphydrate et sulfocyanhydrate d'ammoniaque; ces derniers se condensent par le refroidissement, à la faveur de l'eau qui les accompagne, et de celle qu'on introduit dans les *scrubbers*.

Ces sels ammoniacaux représentent à peine, d'après M. Forster, 15 pour 100 de l'azote contenu dans la houille, tandis que 50 pour 100 environ restent à l'état de combinaisons dans le coke résidu de la distillation.

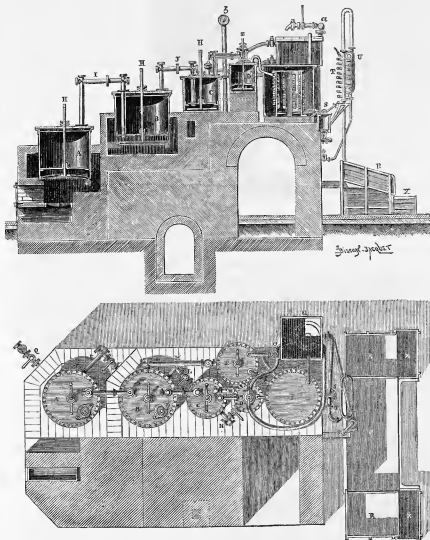


Fig. 15. — Plan et coupe verticale suivant M N d'un appareil A. Mallet.

Le liquide complexe, goudronneux, qui s'écoule des appareils de condensation, constitue l'eau ammoniacale du gaz.

Nous avons vu, qu'avant tout traitement, les eaux ammoniacales brutes devaient être abandonnées au repos, et décantées avec le plus grand soin, pour être privées autant que possible du goudron qu'elles entraînent. Nous suppose-



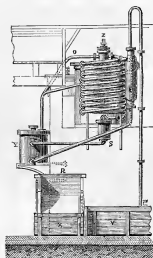


Fig. 14. — Appareil A. Mollet.  
Élévation du côté du bac de saturation.

LÉGENDE DES FIGURES 13 ET 14.

- A. — Première chaudière, chauffée directement par le foyer.
- B. — Seconde chaudière, chauffée par la chaleur perdue du foyer.
- C. — Troisième chaudière, chauffée par le barbotage des vapeurs dégagées par B.
- D. — Quatrième chaudière, recevant les eaux de condensation des vases Y.
- E. — Chaudière à lait de chaux.
- F. — Bâche de chargement renfermant un serpentín réfrigérant.
- G. — Vase de jauge recevant la charge d'une opération. Il est relié avec la bâche de chargement au moyen d'un robinet disposé au bas, et avec la chaudière à lait de chaux par un robinet placé en haut.
- H, H, H. — Agitateurs.
- I, J. — Tuyaux de dégagement des vapeurs ammoniacales, reliant la chaudière A à la chaudière E, et la chaudière E avec C.
- K. — Tuyau de vidange de la chaudière B dans A.
- L. — Tuyau de vidange de la chaudière C dans B.
- M. — Tuyau de vidange de la chaudière à lait de chaux dans B.
- N. — Tuyau de vidange de la chaudière D dans C.
- O. — Tuyau de vidange du vase Y dans la chaudière D.
- P. — Tube servant à conduire les vapeurs de la bâche F dans le vase G.
- R. — Égouttoir à sulfate.
- S. — Récipient recevant les liquides condensés dans le serpentín de F, et relié au vase Y.
- T. — Serpentin refroidi par l'air ambiant.
- U. — Robinet à sûreté, pour éviter l'absorption de l'eau, du récipient S, dans le saturateur.
- V. — Cristallisations.
- X. — Bac en plomb recevant les eaux de l'égouttoir à sel.
- Y. — Vase recevant les produits condensés dans les serpentins F et T.
- Z. — Robinet à trois voies permettant d'établir la pression dans le vase Y pour le vider dans D.
- a. — Conduite d'arrivée des eaux à traiter.
- b. — Tuyau permettant d'envoyer les vapeurs ammoniacales dans un autre appareil pendant la levée du sel.
- c. — Tuyau de vidange de la chaudière A emmenant à l'égout les eaux épuisées.

rons donc qu'on a opéré cette décantation, pour n'envoyer aux appareils d'extraction qu'un liquide parfaitement clair.

La Compagnie Parisienne de chauffage et d'éclairage par le gaz, a adopté pour le traitement des eaux ammoniacales de ses usines, l'appareil imaginé en 1841 par M. A. Mallet. Cet appareil, tel qu'il est actuellement installé dans les usines de la Compagnie, se compose, comme le montrent les figures 13 et 14, de quatre chaudières en tôle A, B, C, D, d'inégale capacité, munies d'agitateurs H, I. Les deux premières cubent environ 2 mètres.

La chaudière A est chauffée directement par un foyer alimenté au coke ; la seconde, B, est chauffée par la chaleur perdue de ce foyer ; la troisième, C, n'est point engagée dans la maçonnerie, et reçoit seulement les vapeurs dégagées par la chaudière B. Quant à la chaudière D, elle fonctionne comme laveur des vapeurs de la précédente.

Les couvercles des trois chaudières A, B, C portent des tuyaux en fonte I, J, qui plongent, le premier jusque vers le fond de B, le second près du fond de C.

Les quatre chaudières communiquent entre elles par les tuyaux K, L, N, munis de robinets, pour permettre d'écouler à volonté et successivement, les produits de D dans C, ceux de C dans B, et enfin ceux de B dans A.

La chaudière A porte également un robinet de vidange, qui permet de faire écouler au dehors de l'atelier le liquide qu'elle contient.

La chaudière C est reliée avec D par un robinet à trois voies Z ; enfin le vase D communique avec un réfrigérant F en tuyaux de fonte, disposé dans une bache en tôle remplie d'eau ammoniacale froide à traiter, qu'on renouvelle au fur et à mesure de la marche des opérations.

Les vases S et Y sont destinés à recevoir les liquides condensés dans le serpentín T ; ce serpentín T, refroidi par l'air ambiant, est destiné à retenir les dernières portions de liquide, entraînées par l'ammoniaque qui se rend dans l'acide sulfurique à 53° B. contenu dans le bac V.

Le bac V reçoit les produits de deux appareils de traitement ; G est un vase de jauge, qui reçoit la charge d'eau ammoniacale, et qui communique avec la bache F par un robinet situé à la partie inférieure, et avec la chaudière à lait de chaux E par un robinet f.

C'est dans le vase E qu'on introduit la chaux éteinte, nécessaire à la décomposition des sels ammoniacaux.

Une partie de l'eau ammoniacale passe directement du vase de jauge dans la chaudière E ; la chaux est introduite dans cette dernière, par une ouverture à sas, sans dégagement sensible de vapeur ; et le mélange est aussitôt opéré par l'agitateur, dont la tige verticale se prolonge en dehors pour la manœuvre.

Voici comment on procède avec l'appareil que nous venons de décrire :

Pour la mise en marche, on charge les chaudières A et B avec de l'eau brute venant de G, qu'on envoie d'abord dans E, où se fait le mélange avec la quantité de chaux nécessaire, puis qu'on fait passer dans B par le tuyau U, et ensuite dans A par le tuyau K.

On remplit d'eau le laveur C jusqu'à moitié, et on introduit de l'eau ammoniacale dans la bache F. Les choses ainsi disposées, on fait du feu sous la chaudière A, de façon à faire bouillir le liquide qui y est contenu, et on remue de temps en temps à l'aide de l'agitateur I.

Les vapeurs produites se rendent dans le liquide de B, qu'elles échauffent rapidement, en faisant dégager l'ammoniaque mise en liberté par la chaux.

Les vapeurs des deux chaudières A et B se rendent ensuite dans C, puis dans D, où elles abandonnent une partie de la vapeur d'eau entraînée avec l'ammoniaque; enfin elles traversent le serpentín refroidi dans le bac F, où une condensation plus abondante s'effectue. Le liquide contenu dans ce bac s'échauffe, et dégage une faible quantité de produits ammoniacaux, qui vont par le tuyau T se condenser dans le liquide du vase de jauge G.

Les produits impurs condensés dans le serpentín F se rassemblent dans le vase S, et de là se rendent dans le vase Y.

Le courant gazeux qui a traversé le réfrigérant F se rend dans le serpentín T refroidi par l'air extérieur, où sa température s'abaisse jusqu'à 80° environ; les produits condensés dans ce dernier serpentín se rendent également dans le vase Y.

Il convient de ne pas trop refroidir l'ammoniaque, avant de l'envoyer dans le bac à acide, afin d'assurer une évaporation suffisante du liquide dans ce bac, pour obtenir directement le sulfate à l'état cristallisé.

Les liquides récoltés dans le vase Y sont refoulés dans le laveur D, où ils commencent à s'épuiser, pour redescendre successivement dans C, dans B et finalement dans A.

Pour faire monter le liquide du vase Y dans la chaudière D, on tourne momentanément le robinet à trois voies Z, ce qui détermine une pression dans l'appareil en empêchant la vapeur de se dégager, et en la forçant à agir à la surface du liquide du vase Y.

Lorsque ce dernier est vide, on rétablit la circulation normale des vapeurs.

Après environ quatre heures de marche, le liquide de la chaudière A est épuisé; on enlève alors le feu qui est sous cette chaudière, puis, en ouvrant le robinet e, on fait écouler le liquide à l'égout.

A l'aide du robinet et du tuyau K, on fait aussitôt couler le contenu de la chaudière B dans A, et on remplit B avec une nouvelle charge d'eau ammoniacale, mélangée de chaux, sortant du vase E; on y ajoute aussi le liquide de C.

Lorsque le vase D est trop plein, on le vide dans C.

Avant la fin de chaque opération, et pour ne pas perdre de temps, on a soin de préparer la charge suivante dans le vase B. A cet effet, on ouvre f, et on fait écouler le liquide du vase de jauge G dans le bac F qui est toujours plein; ce liquide entrant par la partie inférieure, permet au liquide le plus chaud de sortir par la partie supérieure, et de se rendre dans E. On a ainsi remplacé le liquide brut chaud du bac F par du liquide froid.

Comme on le voit, l'eau ammoniacale est épuisée méthodiquement dans cet appareil; les vapeurs dégagées par la première chaudière A, s'enrichissent en ammoniaque en traversant successivement les autres, tandis que l'eau ammoniacale s'appauvrit en marchant en sens inverse.

Enfin le refroidissement des vapeurs, nécessaire pour déterminer la condensation de la plus grande partie de l'eau entraînée, s'opérant surtout au moyen de l'eau ammoniacale brute, permet de réaliser ainsi une grande économie de

chaleur, car on n'introduit dans les chaudières de traitement que des liquides déjà très-chauds.

Les bacs de saturation V (fig. 13 et 14) ayant environ 3 mètres de longueur sur 2 mètres de large et 0<sup>m</sup>,70 de haut, garnis de plomb intérieurement, restent couverts pendant toute la durée de l'opération ; l'espace compris entre la surface supérieure du liquide et le couvercle, est mis en rapport, par un gros tuyau, avec un conduit souterrain en maçonnerie, se rendant dans une des grandes chaudières de l'usine, où règne une température supérieure au rouge sombre.

On évite ainsi les émanations dues aux produits volatils qui accompagnent les vapeurs ammoniacales, et qui se séparent au fur et à mesure de la saturation de ces dernières.

Ces produits sont d'autant plus abondants, que les eaux à traiter ont été moins bien décantées.

Lorsque l'acide sulfurique du bac V est saturé, on dirige les vapeurs ammoniacales dans un autre appareil, puis on procède à la levée du sel. On remue d'abord, avec une pelle, le sulfate cristallisé qui s'est déposé dans le bac, puis on le jette sur l'égouttoir R, en bois doublé de plomb, qui permet au liquide d'essorage de s'écouler dans un bac plus petit X, ayant 1<sup>m</sup>,20 sur 0<sup>m</sup>,50 de largeur et 0<sup>m</sup>,40 de hauteur.

Le sulfate égoutté est mis à sécher sur des plaques de fonte, chauffées par les chaleurs perdues des foyers des chaudières. Il est ensuite prêt à être livré au commerce.

Dans l'appareil précédent on charge à la fois 12 hectolitres d'eau ammoniacale, et on peut faire 6 opérations par vingt-quatre heures ; on traite donc 72 hectolitres d'eau.

La quantité de combustible employée est variable avec l'état de l'appareil, qui demande à être nettoyé très souvent.

Lorsque les surfaces des chaudières sont bien propres, on brûle environ 12 hectolitres de coke par appareil et par vingt-quatre heures.

La quantité de chaux éteinte, en poudre et blutée que l'on emploie, est de 1 hectolitre 30 par opération de 12 hectolitres d'eau.

On obtient environ 70 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque sec, par mètre cube d'eau à 2°,5 Baumé. Chaque appareil traitant 72 hectolitres, produit donc 500 kilogrammes de sulfate par vingt-quatre heures.

Ces appareils permettent de fabriquer l'alcali ambré, en envoyant dans l'eau les gaz sortant du dernier serpentín, au lieu de les diriger dans l'acide sulfurique.

## 2° Appareil A. Mallet modifié.

Les appareils que nous venons de décrire, et qui sont peu différents de ceux construits à l'origine par M. A. Mallet, ont été depuis modifiés par lui.

Dans le nouveau type qu'il a adopté, l'analyse y est faite dans un faisceau tubulaire et dans une colonne à plateaux, plus faciles à nettoyer que les serpentins, et plus efficaces.

Ces appareils peuvent, comme ceux de l'ancien type, servir à volonté soit à la fabrication du sulfate d'ammoniaque, soit à celle de l'alcali volatil.



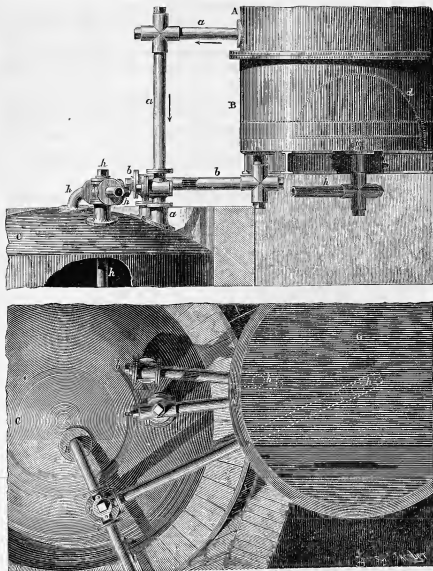


Fig. 16. — Appareil A. Mallet modifié.  
Détail des tuyauteries reliant la dernière chaudière avec le réchauffeur.

LÉGENDE DES FIGURES 15 ET 16.

A. Réchauffeur renfermant une charge d'eau ammoniacale. — *a*. Robinet permettant d'envoyer ce liquide dans la chaudière C. — B. Capacité où se réunissent les condensations effectuées dans les tubes de A. — *b*. Robinet permettant d'évacuer ces condensations dans la chaudière C. — C, D, E. Chaudière de même capacité, munies d'agitateur, dans lesquelles descendent successivement les liquides sortant de C. — *c*. Tuyau amenant les vapeurs ammoniacales dans B. — *d*. Capsule de barbotage des vapeurs dans le liquide de B. — *e*, *f*. Robinets faisant communiquer entre elles les chaudières C, D, E. — *g*. Robinet d'évacuation. — *h*. Robinet permettant d'envoyer directement les vapeurs de D dans B. — G. Analyseur refroidi par un courant d'eau. — J. Tuyaux de pression dans le réchauffeur. — K. Départ des vapeurs ammoniacales. — L. Tampon à chaux.

Pour fabriquer le sulfate, on consomme une proportion de chaux moins considérable que pour la fabrication de l'alcali; et l'analyse des vapeurs n'a pas besoin d'être aussi parfaite que pour cette dernière.

Il suffit en effet que le mélange d'ammoniaque et de vapeurs permette d'obtenir, avec de l'acide sulfurique à 53°, du sulfate d'ammoniaque directement cristallisé dans les bacs de saturation.

Mais, lorsqu'on veut obtenir l'alcali, il est nécessaire que les vapeurs ammoniacales traversent un récipient renfermant du lait de chaux, et qu'elles soient ensuite complètement refroidies et épurées, comme nous le verrons plus loin, avant d'être dissoutes dans l'eau.

L'appareil du système A. Mallet modifié est représenté (fig. 15 et 16). Il se compose essentiellement :

1° De trois chaudières en tôle C, D, E, chauffées comme dans l'appareil précédemment décrit;

2° D'un réchauffeur tubulaire A, ayant une contenance égale à celle d'une des chaudières;

3° D'un condenseur tubulaire, ou analyseur, refroidi par un courant d'eau. Ce dispositif est destiné à dessécher les vapeurs ammoniacales au degré convenable, et à les purifier.

Les liquides résultant du refroidissement des vapeurs, retombent de plateau en plateau, eu s'appauvrissant en ammoniaque, tandis que les vapeurs qui montent, arrivent progressivement au degré de siccité convenable pour la fabrication du sulfate;

4° Enfin, d'un bac de saturation renfermant de l'acide sulfurique à 53°, s'il s'agit de faire du sulfate, ou d'un appareil d'épuration des vapeurs et d'un saturateur, s'il s'agit de fabriquer de l'ammoniaque en dissolution aqueuse.

La figure 16 montre à une plus grande échelle, l'agencement des tuyauteries reliant la chaudière C avec le réchauffeur A.

Nous supposons l'appareil en marche normale, et le liquide de la chaudière E suffisamment épuisé. On fait alors écouler ce liquide au dehors par le robinet *g*, et on le remplace aussitôt par celui de la chaudière D. Cette dernière doit à son tour recevoir le contenu de C. Enfin la charge d'eau neuve chaude, contenue dans le réchauffeur A, est écoulée dans C, et une nouvelle charge d'eau froide vient remplir A.

On procède de la façon suivante :

On ouvre le robinet *g* pour faire écouler au dehors le contenu de E; aussitôt après, on ferme ce robinet et on ouvre *f*, pour vider la chaudière D dans E.

Le tuyau J envoyant directement la vapeur dans le réchauffeur, permet au liquide d'entrer rapidement, ce qui est important au point de vue de la conservation de la chaudière, qui est chauffée à feu direct.

En ouvrant le robinet *e*, on fait également passer le contenu de C dans D.

On envoie momentanément les vapeurs ammoniacales de D dans B, par l'intermédiaire du robinet *h*, et on introduit en ouvrant le tampon L, la quantité de chaux nécessaire à une opération.

On fait alors écouler l'eau ammoniacale de A dans C; enfin, on remplit le

réchauffeur A avec de l'eau neuve, puis on tourne le robinet J, de façon à faire dégager les vapeurs de D dans C.

Les vapeurs de E passent dans D, puis dans C, et dans B, où se réunissent, pendant l'épuisement d'une charge, les condensations provenant du réchauffeur A et des analyseurs.

Dans ce trajet, elles épuisent méthodiquement les eaux ammoniacales en s'enrichissant; enfin elles se dessèchent, en passant dans l'appareil A et dans l'analyseur.

L'eau ammoniacale qui est autour des tubes du réchauffeur est portée, pendant la durée d'une opération, jusqu'à une température voisine de l'ébullition; lorsqu'elle est introduite dans la chaudière C, elle ne tarde pas à bouillir sous l'influence du courant de vapeur sortant de la chaudière D, et des gaz chauds du foyer.

Elle abandonne alors une partie des sels ammoniacaux volatils, et, lorsqu'elle sera introduite plus tard, dans D puis dans E, et mélangée avec de la chaux, elle laissera dégager toute l'ammoniaque des sels fixes et du restant des sels volatils.

En opérant ainsi, on consomme une quantité de chaux très restreinte, puisque la plus grande partie des sels volatils, sont dégagés directement dans la troisième chaudière.

Lorsqu'on se propose de fabriquer de l'alcali, il faut mettre dans la chaudière C, la quantité de chaux nécessaire à la décomposition de tous les sels ammoniacaux contenus dans les eaux.

Ces appareils peuvent servir aussi bien au traitement des eaux du gaz, qu'à celui des eaux vannes. Ils peuvent fonctionner soit à feu direct, comme nous venons de le voir, soit au moyen des chaleurs perdues, soit enfin au moyen d'un jet de vapeur.

### 3° APPAREILS DE M. P. MALLET.

Les appareils précédents sont très faciles à conduire; ils permettent d'épuiser les liquides d'une façon bien complète, mais on peut leur reprocher d'être assez encombrants et d'un prix élevé.

M. P. Mallet fils a installé en 1869, à l'usine des fondrières de Colombes, pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque, un appareil plus simple, qui permet néanmoins d'épuiser convenablement les eaux ammoniacales. Cet appareil, représenté fig. 17, se compose d'une colonne distillatoire ordinaire en fonte A, formée de 11 plateaux délegmateurs, et de 4 rectificateurs portant un réchauffeur-analyseur *a*; et de deux chaudières d'épuisement B et C, dans lesquelles on emploie la chaux pour décomposer les sels fixes.

Les eaux ammoniacales à traiter arrivant en E, sont d'abord échauffées en circulant autour des tubes de l'analyseur *a*; puis elles pénètrent dans la colonne en F, et s'écoulent de plateau en plateau, pour se rendre ensuite dans les chaudières B et C. Pendant leur parcours dans la colonne, les eaux abandonnent leurs sels volatils, et leurs sels fixes sont ensuite décomposés par la chaux dans les deux chaudières. L'opération est continue dans la colonne, et intermittente dans les chaudières, afin d'assurer l'épuisement des eaux.



Ces appareils peu coûteux, donnent de bons résultats, mais ils sont assez volumineux. Ils peuvent fonctionner soit à feu direct, soit à l'aide de la vapeur, comme celui qui est représenté dans la fig. 17.

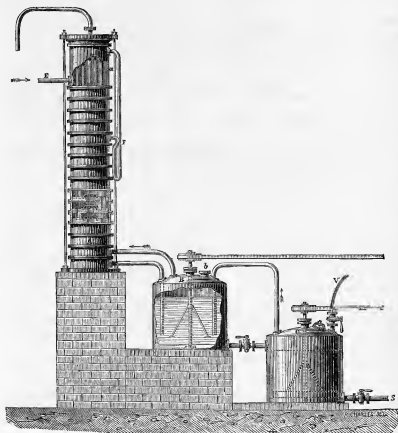


Fig. 17. — Appareil de M. P. Mallet.

- A. — Colonne formée de 4 plateaux rectificateurs et de 11 plateaux déflégmateurs.
- a. — Analyseur tubulaire en fonte.
- B. C. — Chaudières en tôle munies d'agitateurs.
- b. — Tampon pour introduire la chaux.
- r. — Robinet pour vider le liquide de B dans C.
- s. — Robinet de vidange.
- v. — Robinet de vapeur.

Un appareil de ce genre, ayant une colonne de 15 plateaux de 0<sup>m</sup>,80 de diamètre et 2 chaudières de 1 mètre cube, peut traiter 20 mètres cubes d'eau ammoniacale du gaz par 24 heures.

Les eaux ammoniacales du gaz attaquent très rapidement la tôle, à moins qu'elles ne soient mélangées à une certaine quantité de chaux. Il est donc néces-

saire de faire les réchauffeurs soit en fonte, comme dans la colonne précédente, soit en plomb.

Lorsqu'on fabrique le sulfate d'ammoniaque au moyen des eaux du gaz, qui sont relativement riches, il n'y a qu'un faible intérêt à réchauffer les eaux à traiter, au moyen des vapeurs des colonnes ou des eaux résiduaires, car la quantité d'eau est peu considérable. En outre le combustible est toujours peu coûteux dans les usines à gaz, et souvent on produit la vapeur, dans ces usines, au moyen des chaleurs perdues des fours, qui ne font jamais défaut.

En 1873, M. P. Mallet a installé, à l'usine à gaz de Blois, un appareil composé essentiellement d'une colonne distillatoire en fonte, dans laquelle chaque plateau porte une seule calotte, reliée à un arbre vertical pouvant recevoir un mouvement de rotation.

Cette disposition ingénieuse a permis d'introduire du lait de chaux dans la colonne, sans avoir à craindre l'obstruction des plongeurs.

M. Mallet a depuis appliqué, en 1881, cette même disposition à l'usine de Bordeaux, pour le traitement des matières de vidange, comme nous l'avons vu précédemment.

#### 4<sup>e</sup> APPAREIL CHEVALET.

L'appareil Chevalet, décrit précédemment pour le traitement des eaux vannes, peut servir également à traiter les eaux ammoniacales du gaz. Il comporte dans ce cas deux, trois, quatre chaudières et même un plus grand nombre, selon la quantité d'eau ammoniacale à traiter quotidiennement.

Cet appareil peut être chauffé, soit au moyen d'un foyer disposé sous la chaudière; soit mieux par un jet de vapeur; soit enfin au moyen de bouilleurs thermo-siphons, placés dans les carneaux des gaz brûlés, à la sortie des fours de distillation de la houille.

Dans ce dernier cas, on supprime la dépense du combustible nécessaire au traitement des eaux, mais le fonctionnement de l'appareil est subordonné à la marche des fours.

On parvient cependant à régulariser le travail, en disposant les bouilleurs dans un carneau spécial en dérivation, dans lequel on peut envoyer tout ou partie des gaz chauds, sans gêner le tirage des fours.

La dépense de combustible, dans les petits appareils chauffés à feu direct, est de 40 kilog. environ de houille ou de coke par mètre cube d'eau traitée; elle n'est guère que de 30 à 35 kilog. avec les appareils de grandes dimensions.

On voit donc que le chauffage direct par les chaleurs perdues des fours permet de réaliser une économie importante, qui dégrève d'autant la fabrication du sulfate d'ammoniaque.

La fig. 18 représente la disposition générale d'un petit appareil Chevalet, à thermo-siphon, permettant de fabriquer le sulfate d'ammoniaque.

Cet appareil se compose de deux chaudières en tôle A et B, placées à des niveaux convenables, pour permettre de faire écouler le liquide de l'une dans l'autre.

La chaudière inférieure B est reliée par des tuyaux en fer *a* et *d*, à deux bouilleurs *c c* disposés verticalement dans le carneau d'évacuation des gaz brûlés

des fours. Les tuyaux *a a* partant de la partie inférieure de la chaudière B, descendent jusqu'au fond des bouilleurs, tandis que les tubes *b, b*, partant du haut de ceux-ci, sont fixés sur la chaudière B vers le milieu de sa hauteur.

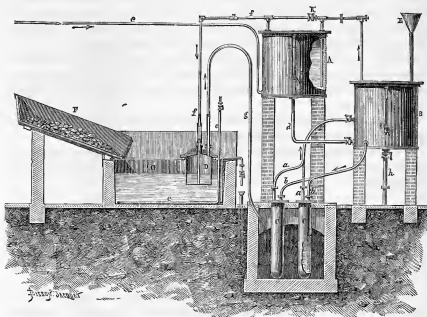


Fig. 18. — Appareil Chevalet, à thermo-siphons.

- A et B. — Chaudières d'épuisement, en tôle.  
 C, C. — Bouilleurs des thermo-siphons.  
 D. — Cloche en plomb récoltant les gaz et la vapeur d'eau.  
 E. — Entonnoir à chaux.  
 F. — Égouttoir à sulfate.  
 G. — Bac à acide.  
 K. — Robinet permettant de faire barboter les vapeurs de la chambre B dans A.  
*a, a.* — Départs d'eau chaude allant des bouilleurs à la chaudière B.  
*b, b.* — Retours d'eau dans les bouilleurs, permettant la circulation.  
*c.* — Tuyau de charge de l'eau ammoniacale à traiter.  
*d.* — Tuyau de vidange de la chaudière A dans la chaudière E.  
*e, e.* — Serpentin en plomb permettant la concentration des liqueurs au moyen de la vapeur.  
*f, f.* — Départ des vapeurs ammoniacales.  
*g, g.* — Tuyau conduisant les gaz et les vapeurs dans le carneau.  
*h.* — Tuyauterie de vidange des eaux épuisées.  
*i, i.* — Niveaux d'eau.  
*l.* — Robinet de prise d'échantillons, pour vérifier le degré d'épuisement des eaux.

Les deux chaudières sont reliées entre elles, à la partie inférieure, par une tuyauterie *a*, pour le mouvement des liquides, et à la partie supérieure par une tuyauterie *f, f*, pour le départ des vapeurs. Lorsque le robinet K est fermé, les vapeurs de la chaudière B barbotent dans le liquide de la chaudière supé-

rieure, tandis qu'elles se rendent directement dans l'acide sulfurique du bac G, quand au contraire ce robinet K est ouvert.

La chaudière B porte un tuyau entonnoir E, pour l'introduction du lait de chaux, et une tuyauterie de vidange h, pour les eaux résiduaires.

La chaudière A est munie d'un tuyau de dégagement de vapeurs f et d'un tuyau de charge d'eau ammoniacale c.

Le bac à acide G porte une cloche D, pour permettre de récolter les gaz incondensables et les vapeurs dégagées pendant la saturation, et de les envoyer, par le tuyau g, dans le carneau de chauffage, dont la température est très élevée.

Dans ce bac à acide, on dispose un tuyau en plomb e, e, dans lequel on fait passer de la vapeur venant d'un générateur, pour concentrer la dissolution de sulfate d'ammoniaque au fur et à mesure de sa production, afin d'obtenir le sel cristallisé directement.

L'appareil que nous venons de décrire fonctionne de la façon suivante :

On charge les chaudières avec de l'eau ammoniacale, l'appareil étant supposé en marche normale, les vapeurs arrivent de la chaudière B par le tuyau f, échauffent le liquide de la chaudière A, qui abandonne bientôt une grande partie des sels volatils, et des gaz, qui se rendent dans l'acide sulfurique. Lorsque le liquide de la chaudière inférieure est épuisé, on le fait écouler au dehors en ouvrant le robinet c. On fait aussitôt arriver le liquide de A dans B, et on remplit A avec de l'eau ammoniacale neuve. Il s'établit bientôt une circulation très active dans les bouilleurs c, c, et le liquide de la chaudière inférieure se trouve porté à l'ébullition.

On introduit par l'entonnoir E un lait de chaux, représentant de 4 à 5 kilog. de chaux réelle par mètre cube d'eau ammoniacale, afin de décomposer les sels ammoniacaux fixes. Cette quantité de chaux ne forme pas de dépôts dans les appareils, qui n'ont pas besoin d'un nettoyage trop fréquent.

L'opération est, comme on le voit, méthodique.

Lorsqu'on traite des eaux à 2 ou 3 degrés Baumé, comme cela est le cas le plus général, on vide les chaudières deux fois par 24 heures. Lorsqu'on a des eaux plus riches à traiter, il faut prolonger la durée des opérations, afin d'arriver à un épuisement convenable.

Les eaux résiduaires ne sont chargées que d'une faible quantité de matières solides en suspension, ce qui permet de les rejeter directement, sans décantation préalable.

Elles ne renferment plus qu'une très-petite proportion d'ammoniaque qui, d'après M. Chevalet, varie de 125 à 250 grammes par mètre cube ; ce qui correspond sensiblement à 500 grammes ou 1 kilog. de sulfate d'ammoniaque.

Avec tous les appareils, on laisse dans les eaux résiduaires de petites quantités de produits ammoniacaux, qu'il serait trop coûteux de chercher à extraire.

Les eaux du gaz à 3 degrés Baumé donnent de 22 à 25 kilog. de sulfate d'ammoniaque par degré, d'après M. Chevalet.

Quand on lave peu le gaz de l'éclairage, on obtient de 4 à 7 kilog. de sulfate par tonne de houille ; mais pour une bonne fabrication, et avec un lavage très parfait du gaz, on arrive à 8 kilog. et même 9 kilog. de sulfate.

Il faut remarquer que très peu d'usines obtiennent d'aussi forts rendements, et que le chiffre de 6 kilog. de sulfate par tonne de houille distillée est une bonne moyenne.

Des eaux à 5 et 6 degrés Baumé rendent de 28 à 50 kilog. de sulfate par degré et par mètre cube; il faut donc, quand on achète des eaux ammoniacales, non seulement tenir compte de leur degré, mais encore du coefficient de rendement probable qu'il convient de leur appliquer.

La quantité d'acide sulfurique à 55 degrés, nécessaire pour la fabrication de sulfate d'ammoniaque, est variable pratiquement de 109 à 145 degrés du poids du sulfate obtenu; cette différence tient à l'exactitude plus ou moins absolue, de la richesse de l'acide employé, aux soins apportés dans les manipulations, ainsi qu'au degré de siccité du sulfate fabriqué.

Théoriquement, pour obtenir 100 kilog. de sulfate d'ammoniaque il faut 110 kilog. 806 d'acide sulfurique à 55 degrés, dont la richesse en acide sulfurique anhydre est de 54,69 0/0, à 15 degrés de température.

Le sulfate d'ammoniaque bien égoutté est séché sur des plaques; sa richesse en azote varie alors de 20 à 24 0/0.

M. Chevalet a installé dans les usines à gaz un certain nombre d'appareils du système que nous venons de décrire, la pratique a donc consacré leur fonctionnement.

Ils permettent de tirer parti à peu de frais, et avec un matériel peu coûteux, de quantités relativement importantes d'eaux ammoniacales, qui étaient autrefois rejetées, et qui ne pouvaient cependant pas permettre l'installation d'appareils coûteux.

#### 5° APPAREIL GRÜNEBERG.

Le docteur Grüneberg, de Kalk, près de Cologne, a fait breveter récemment une disposition très simple d'appareil, permettant de traiter économiquement et d'une façon très parfaite les eaux ammoniacales du gaz.

Cet appareil permet de fabriquer soit du sulfate d'ammoniaque, soit, avec quelques modifications, des eaux concentrées.

L'appareil à sulfate est représenté en coupe fig. 19. Il se compose essentiellement : 1° d'une chaudière verticale A, en tôle, disposée dans un fourneau, de façon à être chauffée directement par un foyer. Cette chaudière porte intérieurement un grand cylindre aa, terminé à la partie inférieure par une grille, au-dessous de laquelle se trouve un gros robinet de vidange. Au centre du cylindre est un tube b, remontant presque vers le haut d'une chambre supérieure C, destinée à la réaction de la chaux sur les eaux dépouillées de sels volatils.

Dans cette chambre, les vapeurs produites dans la partie inférieure barbotent par les tuyaux-siphons f, f, et assurent ainsi le mélange intime des eaux avec la chaux, ainsi que le départ des produits ammoniacaux;

2° D'une colonne en fonte, à plateaux B, dans laquelle les eaux se trouvent dépouillées de leurs sels volatils;

3° De bacs à acide K, K' pour la saturation des vapeurs ammoniacales, disposés de façon à récolter les gaz incondensables et la vapeur d'eau produite pendant

la saturation ; à les envoyer dans un réfrigérant E, traversé en sens inverse par les eaux brutes à traiter, et enfin à diriger vers le foyer les gaz refroidis ;

4° D'un réservoir d'alimentation F, renfermant les eaux ammoniacales à traiter ;

5° D'un bac à lait de chaux G, alimentant le compartiment C par un large tuyau e, muni d'un tampon de nettoyage ;

6° D'un siphon h pour la sortie continue des eaux épuisées ; ces eaux se rendent par le tuyau n dans un caniveau m qui les dirige hors de l'atelier.

On procède de la façon suivante à la fabrication du sulfate avec cet appareil :

Les eaux, contenues dans le réservoir F, s'écoulent d'une façon continue par le tuyau S dans le réfrigérant E, où elles s'échauffent en condensant les vapeurs venant des bacs de saturation.

Elles s'élèvent ensuite dans le tuyau l, pour se déverser à la partie supérieure de la colonne B, dans laquelle elles descendent peu à peu, en abandonnant méthodiquement leurs sels ammoniacaux volatils.

Elles arrivent ensuite dans le vase à chaux C, où elles sont soumises à l'action des vapeurs arrivant de la chaudière A, par les barboteurs à siphon f, f, f. Elles se trouvent ainsi en grande partie, dépouillées de produits ammoniacaux. Elles se déversent alors dans le tube central b, entraînant avec elles la chaux dont les plus grosses parties sont retenues sous la grille d ; puis elles remontent dans le tube concentrique aa, pour se déverser dans la chaudière A, où elles se trouvent chauffées directement par l'action des flammes et des gaz chauds du foyer, ce qui achève de les épuiser.

Enfin elles s'écoulent par le siphon h qui les puise à la partie inférieure de la chaudière, pour les rejeter dans le tuyau n qui les conduit à l'égout.

Les dépôts calcaires sont évacués de temps en temps par le robinet n ; de cette façon on évite les incrustations, et les brûlures de tôle qui en sont la conséquence, le tube a, dans lequel la chaux s'arrête, n'étant pas en contact avec les gaz du foyer.

Dans cet appareil, les vapeurs ammoniacales marchent constamment en sens inverse de l'eau, qui va en s'épuisant de plus en plus, et sort enfin par le siphon h. Les eaux rejetées ne renferment plus, d'après M. Grüneberg, que 0,05 pour 100 d'ammoniaque libre, et 0,09 pour 100 d'ammoniaque combinée.

Les vapeurs ammoniacales, très riches, qui sortent de la colonne B, se rendent alternativement par les tuyaux k et k', munis de robinets dans l'acide sulfurique contenu dans les bacs K et K'. La chaleur dégagée par la saturation est telle, qu'une grande partie de l'eau contenue dans l'acide est vaporisée, ce qui permet d'obtenir le sulfate cristallisé directement dans le bac, après la saturation.

Le mélange de vapeur d'eau et de produits incondensables dégagés par les eaux ammoniacales, est envoyé dans le réfrigérant E, comme nous l'avons indiqué précédemment ; la vapeur se condense, et le liquide produit est écoulé au dehors, tandis que les gaz sont envoyés dans le foyer où ils sont brûlés.

Le sulfate formé dans chacun des bacs K et K' est séché aussitôt la saturation terminée ; l'eau mère est reçue dans un bac inférieur M, et remise en charge-ment, tandis que le sel est porté sur des plaques où il est desséché.

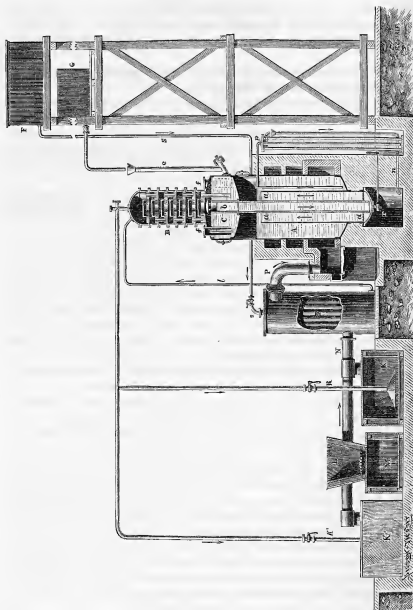


Fig. 19. — Appareil Grüneberg.

. Chaudière en tôle chauffée directement par les gaz du foyer. — *a, a*. Tube concentrique en tôle. — B. Colonne d'épuisement, en fonte. — *b*. Tube de descente des eaux dans la chaudière *a*. — C. Chaudière à lait de chaux. — *d*. Grille retenant les impuretés. — E. Condenseur dans lequel circulent les vapeurs venant des bacs de saturation, et en sens inverse les eaux ammoniacales venant du réservoir F. — *e*. Introduction du lait de chaux. — F. Réservoir d'eau ammoniacale. — G. Bac à chaux. — *f, f*. Barboteurs à vapeur. — K, K'. Bacs à acide, munis de couvercles pour permettre de récolter les vapeurs. — *k', k'*. Tuyau d'arrivée des vapeurs ammoniacales. — L. Egoûttoir à sulfate. — *l*. Tuyau conduisant l'eau ammoniacale chaude à la colonne. — M. Réservoir pour les eaux d'égouttage du sulfate. — N. Tuyaux conduisant les vapeurs et les gaz dans le condenseur. — *n*. Départ des eaux résiduaires. — P. Tuyaux dirigeant les gaz dans le foyer. — *r*. Robinet de vidange des boues calcaires. — S, S. Tuyaux d'arrivée d'eau ammoniacale. — *p*. Siphon pour la sortie des eaux épuisées.

D'après M. Grûneberg, on consomme environ 50 kilogrammes de coke par mètre cube d'eau traitée.

On a déjà établi de ces appareils dans un grand nombre de localités, quoiqu'ils soient de création récente. Il en existe notamment à Nice ; à Tamaris pour le traitement des eaux ammoniacales des fours à coke ; à Valenciennes, à Kalk, à Francfort, à Hambourg, à Göttingen, à Goerlitz, à Florence, à Palerme.

On en établit en ce moment à Dantzig, à Saint-Petersbourg, à Moscou et à Barcelone.

Ces appareils peuvent se prêter à des exploitations d'importance très-différente. Il en existe des modèles épuisant 5 et 10 mètres d'eau ammoniacale par 24 heures, et d'autres beaucoup plus grands.

M. Grûneberg a modifié son appareil de façon à permettre le traitement des eaux ammoniacales pour fabriquer des eaux concentrées. Nous indiquons plus loin, chap. III, § 5, l'appareil ainsi modifié, et son fonctionnement.

### § III. CONCENTRATION DES EAUX AMMONIACALES.

#### 1<sup>o</sup> APPAREIL DISTILLATOIRE HORIZONTAL, MÉTHODIQUE ET CONTINU DE M. E. SOLVAY.

L'importance croissante de la fabrication de la soude par le procédé à l'ammoniaque, a conduit, il y a quelques années, MM. Solvay à rechercher le moyen de se procurer, en quantité suffisante et à bas prix, l'ammoniaque nécessaire pour alimenter leurs usines.

Ils ont pensé, tout naturellement, à utiliser les eaux brutes de l'épuration du gaz, qui dans bien des usines, n'étaient pas encore traitées pour la fabrication des sels ammoniacaux.

Ces eaux sont trop pauvres, et par suite d'une valeur trop faible, pour être transportées à de grandes distances ; d'autre part, il était inutile et trop coûteux de les transformer en sels ammoniacaux solides, d'autant que pour la fabrication de la soude, l'ammoniaque doit être mise en liberté par la chaux.

Ils furent ainsi conduits à rechercher un moyen de les convertir économiquement sur place, dans les usines à gaz, en un produit brut, assez riche pour pouvoir supporter les frais d'un transport à grande distance.

M. E. Solvay a imaginé, dans ce but, un appareil méthodique et continu, à l'aide duquel on peut amener jusqu'à 15 pour 100 de richesse en ammoniaque, les eaux ammoniacales des usines à gaz, marquant de 1<sup>o</sup>,5 jusqu'à 5<sup>o</sup> Baumé.

Cet appareil, représenté en coupe verticale, horizontale, et en plan, fig. 20, se compose d'une longue chaudière horizontale en tôle A, engagée partiellement dans un fourneau chauffé par un foyer F. Cette chaudière est divisée en un certain nombre de compartiments *b, b, b*, par des cloisons rivées *c, c*. Chacun d'eux renferme un vase *t*, qui est en communication avec la chambre suivante par un ajutage, de sorte que le liquide peut passer d'un compartiment quelconque dans le vase *t* du compartiment qui le précède immédiatement.



D'autre part, les vapeurs produites dans une des chambres viennent barboter dans le vase *t* de la chambre suivante, par les ajutages D, E.

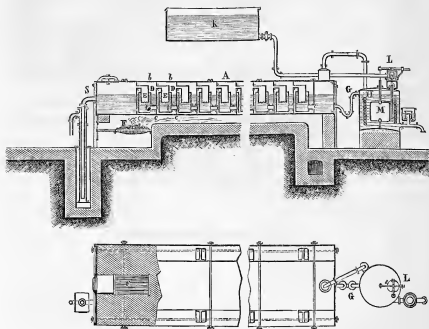


Fig. 20. — Appareil de M. E. Solvay.

- A. — Chaudière en tôle.
- b, b. — Compartiments de la chaudière.
- c, c. — Cloisons en tôle rivées.
- D. — Ajutages pour le dégagement des vapeurs de chaque compartiment.
- E. — Vases de barbotage des vapeurs dans le liquide des vases *t*.
- F. — Foyer chauffé à la houille.
- G. — Tuyau d'arrivée de l'eau ammoniacale dans la chaudière.
- H. — Bâche du serpentín réfrigérant.
- K. — Réservoir d'eau ammoniacale à traiter.
- L. — Régulateur d'écoulement.
- M. — Flotteur actionnant le régulateur.
- t, t. — Vases intérieurs, en communication chacun avec le compartiment précédent.
- S. — Tuyau-siphon pour la sortie de l'eau ammoniacale épuisée.

La chaudière étant remplie d'eau ammoniacale jusqu'au niveau normal, déterminé par la position du siphon de sortie S, le liquide à traiter, qui a été préalablement chauffé dans le vase H, comme on le verra plus loin, peut entrer d'une façon continue par le tuyau G, et arriver dans le premier vase.

Les vapeurs dégagées du second compartiment par le plongeur D, projettent du liquide hors de ce vase C, et l'envoient ainsi dans le vase semblable qui le précède. Les vapeurs produites par l'ébullition du liquide dans chacun des compartiments, se dégagent par tous les ajutages D, dans les vases intérieurs C, en projetant continuellement du liquide hors de ceux-ci,

Le liquide ainsi projeté passe donc d'un compartiment dans celui qui le suit immédiatement, en se rapprochant du foyer; il en résulte que les vapeurs circulent en sens inverse du liquide, en l'épuisant méthodiquement, et que c'est le dégagement seul des vapeurs qui produit le mouvement.

Le liquide complètement épuisé, s'écoule finalement par le siphon S, du premier compartiment situé au-dessus du foyer, après les avoir traversés tous; tandis que les vapeurs, enrichies en produits ammoniacaux, sortent par l'extrémité opposée de l'appareil, pour se rendre dans un serpentín réfrigérant contenu dans le bac H. Ces vapeurs sont refroidies et condensées dans ce réfrigérant, en échauffant l'eau ammoniacale à traiter.

C'est du rapport convenable des diamètres des tuyaux plongeurs D, et des vases C, que dépend l'avancement du liquide dans l'appareil. L'espace annulaire, compris entre eux, doit être proportionné à la quantité de liquide, et au volume de vapeur que l'on veut faire circuler.

Il est à remarquer que l'avancement du liquide, étant produit par le mouvement des vapeurs, le débit de l'appareil est proportionnel au chauffage; il devient nul, lorsqu'on cesse de chauffer.

Les vapeurs qui se condensent dans le serpentín du vase H, servent à échauffer, comme nous l'avons dit, le liquide brut avant son introduction dans la chaudière.

Ce liquide doit traverser d'abord un régulateur d'écoulement L, actionné par la tige d'un flotteur M. Ce flotteur, selon que le liquide est plus ou moins chaud, s'abaisse ou s'élève, et laisse entrer plus ou moins de liquide dans le vase H, et par suite dans la chaudière; de telle sorte que plus on chauffe l'appareil, et plus il y a de vapeurs produites, et plus aussi il entre de liquide dans la chaudière. De même lorsque le chauffage diminue ou cesse, le flotteur modère ou arrête complètement l'arrivée du liquide.

Les gaz dégagés des eaux ammoniacales, et qui sortent du serpentín, passent dans un petit laveur à acide, disposé au-dessus de la sortie du serpentín.

L'appareil de M. Solvay a reçu de nombreuses applications. Les types usités traitent en vingt-quatre heures de 12, 18, 24, jusqu'à 48 mètres cubes d'eau ammoniacale, et les transforment en caux de 12 à 17 pour 100 de richesse en ammoniacque, pouvant facilement supporter les frais de transport.

La consommation de charbon varie de 25 à 30 kil. par mètre cube d'eau traitée.

Pour les eaux très faibles, on peut utiliser la chaleur des eaux épuisées, à échauffer les eaux neuves.

Un appareil à 14 compartiments pouvant traiter 18 mètres cubes d'eau ammoniacale, à 1° ou 1 1/2 degré Baumé, ne traite plus que 15 à 16 mètres cubes d'eau à 2°.

Les eaux résiduaires, sortant de l'appareil, contiennent au plus de 100 à 150 grammes d'ammoniacque par mètre cube.

Les eaux ammoniacales faibles, donnent des produits concentrés à 12 ou 14; tandis que les eaux à 5° Baumé au moins permettent d'obtenir des produits concentrés à 16 et 17 pour 100 de richesse en ammoniacque.

Les eaux du gaz renfermant une certaine proportion de sels ammoniacaux

fixes, il est judicieux de les traiter par la chaux, après le départ des sels volatils.

es liquides traversent à cet effet vers le milieu de l'appareil (entre les compartiments 7 et 8) un vase renfermant de la chaux dont ils se saturent, sans en entraîner avec eux d'une façon notable dans les autres compartiments. On n'obtient ainsi qu'une portion de l'ammoniaque des sels fixes, par suite de la difficulté de mettre assez de chaux, à cause des coups de feu auxquels les dépôts exposeraient l'appareil.

Les tôles des premiers compartiments s'usent assez rapidement, par l'action des sulfures contenus dans les eaux; il faut compter les renouveler environ tous les deux ans. Il est nécessaire de faire un nettoyage complet tous les trois ou quatre mois, afin d'enlever les incrustations, les matières goudronneuses et calcaires, qui se sont accumulées surtout dans les compartiments directement au-dessus du foyer.

Dans les nouveaux types d'appareils, les cinq premiers compartiments sont en tôle de 10 millimètres d'épaisseur, et les autres sont en fonte, afin de mieux résister à l'action des sulfures.

On a beaucoup simplifié aussi, dans ces appareils, la disposition des barboteurs, comme le montre la fig. 24. La paroi commune à deux compartiments

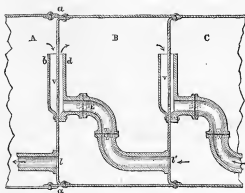


Fig. 24. — Nouvelle disposition de la chaudière de l'appareil précédent.

tels que A et B, est percée de deux trous; l'un, tel que *v*, sert au passage de la vapeur; l'autre, tel que *l*, sert au passage du liquide qui circule en sens inverse.

Devant les orifices *l* on a disposé une boîte en tôle *b* ouverte à la partie supérieure, tandis que de l'autre côté de la même paroi, et en face de l'orifice *l*, se trouve une autre boîte en fonte *d* plus aplatie, et reliée au tuyau courbe *E*, qui est en communication avec le compartiment C par l'orifice *l'*.

Il résulte de la position relative de l'orifice *v*, du tuyau d'arrivée de liquide *E*, et du bord supérieur des boîtes *b* et *d*, ainsi que de leur proportion, que la vapeur qui arrive du compartiment A, pour se rendre dans B, traversera les

boîtes *b* et *d*, en projetant dans ce compartiment le liquide amené par le tuyau *E*.

Le liquide arrivant continuellement du compartiment *C*, sera ainsi projeté dans *B*, tandis que la vapeur circulera en sens inverse, comme dans la disposition que nous avons décrite précédemment.

La construction de cette disposition nouvelle d'appareil est beaucoup plus simple et moins coûteuse que l'ancienne.

On peut utiliser l'appareil de M. Solvay pour la fabrication du sulfate ou du chlorhydrate d'ammoniaque, en dirigeant dans l'acide sulfurique ou dans l'acide chlorhydrique les vapeurs sortant de la chaudière.

Dans ce cas, l'appareil *H* figure 20 peut encore servir de réchauffeur, mais c'est alors le liquide épuisé et bouillant qui s'écoule du siphon *S*, qu'on fait passer dans le serpentin pour chauffer les eaux à distiller.

## 2° APPAREIL KUENTZ.

M. Henry Kuentz construit depuis longtemps un appareil de son invention, simple et peu coûteux, permettant de concentrer les eaux ammoniacales du gaz.

Cet appareil, représenté figure 22, se compose de deux parties distinctes, la première servant à l'épuisement des eaux, la seconde à la condensation des produits ammoniacaux dégagés.

L'appareil d'épuisement est formé de deux chaudières superposées en tôle, *A* et *B*, de 750 à 1000 litres de capacité utile (suivant la puissance de l'appareil), destinées à recevoir les eaux à traiter. La chaudière inférieure *A* est chauffée directement par un foyer; les vapeurs dégagées par le tuyau de cette chaudière traversent un brise-mousse *a*, et vont se rendre dans la chaudière *B*, par un tuyau terminé en cône très évasé. Au-dessus de cette chaudière, se trouve un autre brise-mousse *b*, formé, comme le montre le dessin, d'un large tube en tôle, d'environ 1 mètre de hauteur, dans lequel les mousses, entraînées par le courant gazeux, sont arrêtées et réduites en liquide, qui retourne dans la chaudière par le plongeur *p*, tandis que les vapeurs se rendent, par le tuyau supérieur, dans l'appareil de condensation. Les chaudières sont réunies par un tuyau muni d'un robinet *c*, permettant de vider à volonté la chaudière *B* dans la chaudière *A*.

Enfin un robinet de vidange *V* permet de faire écouler au dehors les produits épuisés contenus dans la chaudière *A*. L'eau ammoniacale peut arriver dans la chaudière *B* au moyen du tuyau *D*; l'entonnoir *E* permet l'introduction de la chaux dans la chaudière supérieure.

Les chaudières sont munies de tubes de niveau.

La seconde partie de l'appareil, destinée à la condensation, se compose d'un tube ovale *F*, dans lequel arrivent les vapeurs ammoniacales, par le tube plongeur *f*, et d'une colonne en fonte à plateaux *G*. Ces deux organes sont disposés dans un bac en tôle, rempli d'eau froide constamment renouvelée. Dans la colonne on fait arriver un filet d'eau froide, par le tuyau *g*, pour condenser tous les produits alcalins.

Les gaz non condensés s'échappent par le tuyau *h*, et vont barboter dans l'eau

contenue dans une éprouvette, ce qui permet de suivre la marche de l'opération.

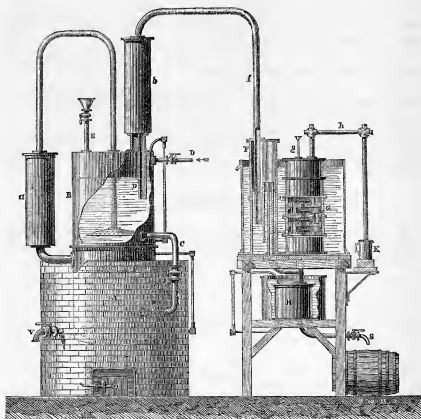


Fig. 22. — Appareil de M. Kuentz.

- A. — Chaudière en tôle, chauffée directement par un foyer.
- B. — Chaudière semblable disposée sur la précédente.
- a, b. — Brise-mousses.
- C. — Tuyau permettant de faire écouler le liquide de la chaudière B dans la chaudière A.
- D. — Tuyau d'arrivée de l'eau brute à traiter.
- F. — Tube ovale en fonte, où la condensation de la vapeur d'eau entraînée avec l'ammoniaque, commence à s'effectuer.
- f. — Tube d'arrivée des vapeurs dans le tube ovale.
- G. — Colonne en fonte, à plateaux, où s'effectue la condensation complète de l'ammoniaque.
- g. — Tuyau d'arrivée d'eau dans la colonne de condensation.
- H. — Récipient refroidi pour l'eau ammoniacale concentrée.
- h. — Tuyau d'échappement des gaz incondensables.
- X. — Éprouvette de barbotage.
- P. — Tuyau de retour des liquides du brise-mousses b, dans la chaudière.
- S. — Robinet de tirage de l'eau ammoniacale concentrée.

On peut plus judicieusement envoyer les gaz infects, qui ont échappé à la condensation, dans un épurateur à chaux, et de là dans un foyer.

Le récipient H, disposé dans un bac plein d'eau froide, sert à recueillir l'eau ammoniacale concentrée, qu'on extrait ensuite par le robinet S.

On procède de la façon suivante, au traitement des eaux du gaz avec cet appareil, que nous supposerons en marche normale. La chaudière A étant supposée renfermer un liquide épuisé, on la vide en ouvrant le robinet V, après avoir nettoyé le foyer, pour ne pas brûler la tôle; on fait alors écouler le contenu de B dans A, par le robinet C, et aussitôt on introduit une nouvelle charge d'eau dans la chaudière B, en ouvrant le robinet D.

On ajoute par le tuyau E le lait de chaux nécessaire pour décomposer les sels fixes, puis on chauffe la chaudière A.

Les vapeurs de plus en plus pauvres en ammoniacque, que dégage cette chaudière, traversent le brise-mousse, et barbotent dans le liquide de B, qui entre bientôt en ébullition, en dégageant la plus grande partie de ses produits ammoniacaux; ceux-ci traversent le brise-mousse *b*, et se rendent, par le tube *f*, dans le liquide accumulé au bas du tube F, où ils se dissolvent en partie. Le liquide ammoniacal ainsi formé, s'écoule dans le vase H, tandis que les produits gazeux traversent de bas en haut la colonne C, dans laquelle descend l'eau qui entre par l'entonnoir *g*, en quantité réglée de façon, tout en assurant une condensation parfaite, à fournir une eau ammoniacale au degré voulu.

Les gaz incondensables se rendent enfin dans l'éprouvette, et finalement à l'extérieur.

Quand le vase H est rempli d'eau concentrée jusqu'à un niveau déterminé, indiqué par le tube en verre, l'opération est terminée. On change aussitôt les liquides des chaudières, comme nous l'avons indiqué.

Cet appareil est, comme on le voit, à fonctionnement méthodique et intermittent. Chaque opération dure de deux heures et demie à quatre heures, suivant la nature du combustible, et l'habileté de l'ouvrier.

On obtient des eaux concentrées marquant de 14 à 16°, et contenant de 13 à 15 pour 100 d'ammoniacque.

Les appareils de ce système permettent d'épuiser d'une façon très parfaite les eaux du gaz; ils sont peu coûteux, et faciles à conduire, aussi ont-ils reçu de nombreuses applications. On compte en effet plus de 90 installations de ces appareils dans les usines à gaz, tant en France qu'à l'étranger.

On peut facilement obtenir des eaux ammoniacales concentrées, au moyen des appareils qui servent, dans les usines à gaz et dans les dépotoirs, à la fabrication du sulfate d'ammoniaque. Il suffit, en effet, de diriger les vapeurs ammoniacales qui se dégagent de ces appareils, dans le condenseur de M. Kuentz.

Nous avons vu précédemment que ces eaux concentrées étaient très employées aujourd'hui, pour un grand nombre d'opérations industrielles, notamment pour la fabrication de la soude par le procédé à l'ammoniaque, pour celle de l'alcali, et pour celle du chlorhydrate d'ammoniaque.

### 3° APPAREIL GRUNEBERG.

Nous avons décrit précédemment, chapitre III, § 6, l'appareil continu imaginé

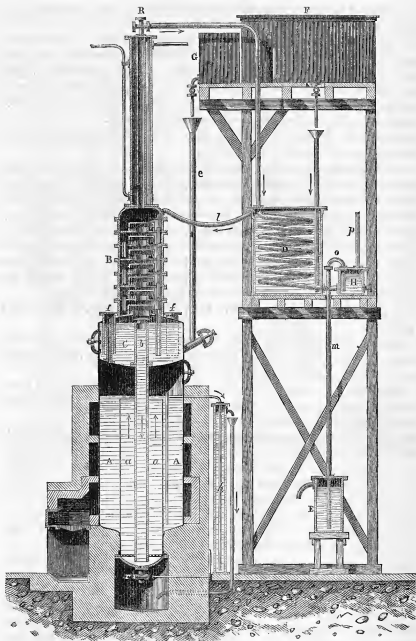


Fig. 25. — Appareil Grüneberg pour la fabrication des eaux ammoniacales concentrées :

A. Chaudière en tôle chauffée par le gaz du foyer. — *a, a*. Tube ou chaudière concentrique dans laquelle s'arrête la chaux. — B. Colonne d'épuisement. — *b*. Tube de descente des eaux. — C. Chaudière à chaux. — D. Réfrigérant dans lequel se condensent les vapeurs ammoniacales. — *d*. Grille. — E. Vase à joint hydraulique, recevant les eaux concentrées. — *e*. Introduction de la chaux. — F. Réservoir d'eau ammoniacale. — *f, f*. Barboteur de vapeur. — G. Bac à lait de chaux. — *h, h*. Siphon pour la sortie des eaux épuisées. — H. Vase laveur pour les gaz. — *l*. Tuyau d'introduction de l'eau dans la colonne. — *m*. Tuyau de descente de l'eau concentrée. — *o*. Départ des gaz se rendant au laveur. — *p*. Sortie des gaz dépouillés d'ammoniaque. — R. Tuyau de départ des vapeurs ammoniacales, entouré d'un manchon à circulation d'eau. — *r*. Vidange des boues onctueuses.

tout récemment par M. Grüneberg, pour le traitement des eaux ammoniacales du gaz, en vue de la fabrication du sulfate d'ammoniaque. Cet appareil modifié s'applique également à la production des eaux concentrées.

La disposition adoptée dans ce cas est représentée en coupe fig. 25. Elle se compose d'une chaudière en tôle A surmontée d'une chambre à chaux C, et d'une colonne B, disposées comme dans l'appareil à sulfate déjà décrit, et munies des mêmes accessoires.

Au-dessus de la colonne se trouve un long tuyau R, que traversent les vapeurs ammoniacales sortant de la colonne, avant de se rendre au réfrigérant. Ce tuyau est enveloppé d'un manchon refroidi par un courant d'eau, afin de déterminer la condensation d'une partie de la vapeur d'eau entraînée. A la suite se trouve le réfrigérant D, où les vapeurs mixtes se condensent en produisant l'eau ammoniacale concentrée, qui s'écoule d'abord dans un bac E, à joint hydraulique, et de là dans un réservoir.

Le tube O conduit les gaz incondensables dans un laveur H, où ils abandonnent les dernières traces d'ammoniaque; et le tube p les dirige hors de l'atelier, ou bien sous la grille d'un foyer.

L'eau ammoniacale brute contenue dans le réservoir F, s'écoule d'une façon continue dans l'entonnoir r; elle traverse la bûche couverte du réfrigérant D, en s'échauffant, puis elle pénètre dans la colonne par le tuyau infléchi l. Elle traverse successivement la colonne B, en abandonnant ses sels volatils; le vase à chaux C où ses sels fixes sont décomposés; enfin le tube central b, et les chaudières a et A, pour s'échapper par le siphon k, ne contenant plus alors que des traces de produits ammoniacaux.

Cet ingénieux appareil permet de traiter économiquement des quantités relativement importantes d'eau ammoniacales, et d'obtenir des eaux concentrées à 12 ou 14°. Il n'est pas exposé aux coups de feu, qu'on redoute toujours lorsqu'on chauffe des eaux ammoniacales plus ou moins goudronneuse, mélangées de chaux, et il est d'une conduite facile.

Le modèle permettant de traiter 10 mètres d'eau ammoniacale par vingt-quatre heures, en produisant des eaux concentrées, comporte une chaudière de 1<sup>m</sup>,50 de diamètre et de 3 mètres environ de hauteur.



## CHAPITRE IV

### FABRICATION DES PRODUITS AMMONIACAUX AU MOYEN DES OS, DES DÉCHETS AZOTÉS, DES VINASSES DE BETTERAVES, ET DE LA TOURBE.

#### § 1. — AU MOYEN DES OS.

Les os provenant de la boucherie, ou des ateliers d'équarrissage, servent à fabriquer soit de la gélatine et du phosphate de chaux, soit du noir animal et des sels ammoniacaux.

Les os *verts*, c'est-à-dire les os frais, auxquels adhèrent encore des débris de muscles, sont mis à tremper pendant 24 heures dans de l'eau chaude, pour pouvoir être ensuite facilement nettoyés.

Lorsque le trempage est terminé, le liquide est écoulé, et les os débarrassés des parties charnues sont concassés entre des cylindres cannelés; on les soumet ensuite au débouillage pour en extraire la graisse.

Ce débouillage s'effectue de la façon suivante : les os qui tombent de la machine à casser, sont reçus dans un panier en tôle qu'on peut facilement enlever au moyen d'une grue, et descendre ensuite dans une cuve en bois contenant de l'eau. Un serpentín à vapeur, disposé au fond de la cuve, permet de porter rapidement cette eau à l'ébullition. L'eau bouillante fait sortir la graisse contenue dans les os, et lui permet de se rassembler à la surface du liquide.

Cette graisse est recueillie à l'aide d'une écumoire, et filtrée sur un tamis; elle sert à la fabrication des savons.

Après deux heures et demie d'ébullition avec l'eau, les os n'abandonnent plus de graisse; on enlève alors, au moyen d'une grue, le panier métallique, qu'on vide à côté d'un appareil laveur, dans lequel les os sont aussitôt lavés méthodiquement à grande eau.

Après ce lavage, les os sont mis en tas sous des halles, et abandonnés à la dessiccation pendant un temps plus ou moins long suivant la saison. Lorsqu'ils sont secs, on les passe sous des meules verticales cannelées, en fonte, afin de les réduire en petits éclats, de la grosseur voulue pour la fabrication du noir animal.

Le produit sortant des meules est divisé, par blutage, en deux parties; les fines qui servent à faire des engrais phosphatés, et les grugeons, qui par calcination donnent le noir animal, des gaz, et des vapeurs condensables riches en produits ammoniacaux.

Les os ainsi préparés sont calcinés, soit dans des pots en terre ou en fonte, soit dans des fours continus.

La calcination dans les pots ne permet pas de recueillir les vapeurs, qui se trouvent brûlées directement dans la chambre de chauffe; tandis qu'on peut opérer dans des fours continus, disposés de façon à condenser les vapeurs, et à utiliser les gaz pour le chauffage partiel des fours eux-mêmes.

Les fours continus consistent tous essentiellement en un nombre plus ou moins grand de cornues en fonte ou mieux en terre réfractaire, de forme cylindrique ou à section méplate, disposées verticalement dans une chambre chauffée par un ou deux foyers.

A la partie supérieure, chaque cornue est munie d'une tête en fonte, qui émerge de la maçonnerie, et qui porte au centre une large tubulure de chargement, fermée pendant la marche au moyen d'un tampon luté, et sur le côté une tubulure pour le dégagement des vapeurs et des gaz, se rendant aux appareils de condensation.

A la partie inférieure, chaque cornue porte un orifice de déchargement du noir, qui est luté pendant la marche de l'opération.

Les vapeurs sortant des cornues, se rendent dans un barillet contenant de l'eau, où s'effectue une première condensation des produits les moins volatils.

On fait arriver un filet d'eau dans le barillet, pour maintenir constant le niveau du liquide, afin que les tuyaux d'arrivée plongent toujours de la même quantité, et pour éviter le dépôt du carbonate d'ammoniaque à l'état solide dans les tuyaux.

A la sortie du barillet, les produits non condensés se rendent dans un réfrigérant en fonte ou en fer, refroidi extérieurement par un courant d'eau, où s'effectue la condensation presque complète des vapeurs.

Les gaz, en sortant du réfrigérant, traversent un scrubber, alimenté constamment par un courant modéré d'eau froide, afin d'abandonner aussi complètement que possible les produits ammoniacaux qu'ils entraînent. Ils sont envoyés ensuite dans le four de calcination, où ils sont brûlés.

Les liquides du réfrigérant, du barillet et du scrubber sont reçus dans un bac en tôle, d'où ils sont extraits pour servir à la fabrication des sels ammoniacaux.

Le liquide condensé dans le réfrigérant marque de 14 à 15° Baumé, tandis que celui du scrubber marque 1 à 2° seulement. Par le repos, ces liquides se séparent en 2 couches, l'une supérieure huileuse très-complexe, constitue l'huile animale de Dippel; elle renferme des produits nombreux, et surtout des bases pyridiques, qui jusqu'ici n'ont pas encore reçu d'application. Ces huiles servent à faire du gaz d'éclairage, ou sont simplement brûlées sous des foyers.

L'autre couche aqueuse est une dissolution de carbonate d'ammoniaque souillée par des produits empyreumatiques. C'est ce liquide qui sert à la fabrication soit du sulfate, soit du chlorhydrate d'ammoniaque.

Pour obtenir du sulfate d'ammoniaque avec ces eaux décantées, on les chauffe dans un appareil en tôle, pour en faire dégager le carbonate d'ammoniaque qu'on reçoit dans l'acide sulfurique.

On obtient ainsi du sulfate d'ammoniaque, qui est souillé par de petites quantités de produits huileux qui le colorent fortement.

Cent kilogrammes d'os, traités comme nous venons de l'indiquer, donnent de 6 à 7 kilogrammes de sulfate renfermant 18 à 19 0/0 d'azote, et 1,7 à 2 kil. d'huiles.

Dans les premières usines établies en France, pour la fabrication du noir animal et des sels ammoniacaux, on transformait le carbonate d'ammoniaque brut en sulfate, par une méthode très-simple, encore en usage dans quelques fabriques.

Cette méthode consiste à faire filtrer à travers une couche de plâtras, le liquide brut de la condensation, simplement décanté.

Le carbonate d'ammoniaque est décomposé par le sulfate de chaux; il se forme du carbonate de chaux insoluble, et une dissolution de sulfate d'ammoniaque, qu'il suffit de concentrer.

Les eaux ammoniacales provenant de la distillation sèche des matières animales, servent aussi à la fabrication du chlorhydrate d'ammoniaque, comme nous le verrons chap. IV, § 5.

## § II. — AU MOYEN DES DÉCHETS AZOTÉS.

Les déchets de laine, de peau, de cuir, de corne, de plumes, d'éponges, etc., renfermant de 6 à 15 pour 100 d'azote, servent journellement dans l'industrie, à la fabrication des engrais dits organiques.

La putréfaction de ces matières dans le sol est très-lente, et il y a un réel intérêt à fixer à l'état d'ammoniaque l'azote qu'elles renferment.

M. L. L'Hôte a résolu cette question d'une façon simple et économique.

Le procédé qu'il a imaginé, n'est qu'une application du dosage de l'azote par la chaux sodée.

Il consiste à traiter les déchets azotés par une dissolution de soude caustique au dixième, soit à froid, soit en chauffant légèrement, de façon à éviter une production d'ammoniaque.

On obtient ainsi tantôt une désagrégation complète de la matière, tantôt une dissolution.

La matière ainsi préparée est empâtée avec de la chaux éteinte, pour former une masse solide qu'on introduit dans une cornue en fonte. On chauffe avec précaution de façon à éviter la dissociation de l'ammoniaque; les vapeurs sont envoyées dans de l'acide sulfurique des chambres, où elles se saturent. A la fin de l'opération, on doit élever la température de la cornue jusqu'au rouge.

Le résidu de l'opération, blanc et pulvérulent, est composé exclusivement de carbonate de soude et de chaux. Ce mélange, traité par l'eau, régénère la soude caustique qui peut servir à une nouvelle attaque de matière azotée.

Si l'on opère sur un mélange homogène de déchets azotés et d'alcalis, on retrouve ainsi, à l'état de sulfate d'ammoniaque, la totalité de l'azote organique contenu primitivement dans la matière.

Le sulfate d'ammoniaque obtenu directement par ce procédé, est coloré, ce

qui ne présente d'ailleurs aucun inconvénient pour son emploi dans l'agriculture. Sa purification, si elle était nécessaire, serait très facile.

### § III. — AU MOYEN DES VINASSES DE BETTERAVES.

Depuis quelque années, on fabrique des sels ammoniacaux, en même temps que des sels de méthylamines, par la calcination des vinasses de betteraves en vases clos.

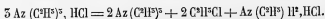
On obtient ainsi un mélange de produits gazeux et de vapeurs, qui par refroidissement donne un liquide complexe goudronneux, dans lequel se trouvent de l'ammoniaque et des méthylamines, à l'état de carbonate, de cyanhydrate, de chlorhydrate, de sulfhydrate, etc.

Ce mélange étant saturé par un acide et évaporé, donne par cristallisation le sel ammoniacal, moins soluble que les sels correspondants des méthylamines.

L'eau mère renferme surtout de la triméthylamine et de la diméthylamine en proportions variables; c'est ce produit qui sert à la fabrication du chlorure de méthyle<sup>1</sup>.

Lorsqu'on soumet le chlorhydrate de triméthylamine à l'action de la chaleur, il se décompose. Jusqu'à 285° environ, les produits gazeux dégagés sont uniquement formés de triméthylamine libre et de chlorure de méthyle; le résidu solide n'est composé que de chlorhydrate de triméthylamine non altéré, et de chlorhydrate de mono-méthylamine.

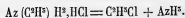
L'équation suivante rend compte de cette décomposition :



A partir de la température de 505° et au-dessus, il ne reste, dans l'appareil où se fait l'opération, que du chlorhydrate de monométhylamine mélangé de chlorhydrate d'ammoniaque.

Les produits gazeux renferment alors une forte proportion d'ammoniaque, mélangée avec du chlorure de méthyle. Enfin, vers 525° environ, toute la matière est décomposée, ou sublimée.

A partir de 505°, la principale réaction peut être représentée par l'équation suivante :



Par décomposition pyrogénée, le chlorhydrate de triméthylamine donne donc un mélange gazeux, composé essentiellement de chlorure de méthyle, de triméthylamine et d'ammoniaque.

Le chlorhydrate de diméthylamine se comporte d'une façon semblable.

Ce mélange gazeux étant dirigé dans de l'acide chlorhydrique du commerce, y abandonne les produits alcalins, ammoniaque et méthylamines, tandis que le chlorure de méthyle, lavé à l'eau et recueilli dans un gazomètre, est ensuite

1. Camille Vincent, Comptes rendus de l'Académie des sciences, 21 mai et 8 octobre 1877.

liquéfié par compression, après dessiccation parfaite au moyen de l'acide sulfurique.

C'est ainsi qu'on obtient industriellement aujourd'hui le chlorure de méthyle liquéfié, qui est employé dans la fabrication des couleurs dérivées de la houille, et pour la production du froid à l'aide de machines spéciales, d'une très grande simplicité.

On sépare facilement les chlorhydrates d'ammoniaque et de méthylamines, par cristallisation et par essorage; le chlorhydrate d'ammoniaque cristallisant le premier, et étant beaucoup moins soluble que les autres.

Les chlorhydrates de méthylamines rentrent de nouveau dans la fabrication du chlorure de méthyle.

Le sel ammoniac, obtenu comme nous venons de l'exposer, est souillé par des chlorures de fer et de plomb provenant des chaudières, et des serpentins d'évaporation; on le purifie, au point de vue spécial de son application aux piles du système Leclanché, en le redissolvant dans l'eau, et en précipitant les métaux qu'il renferme, au moyen du sulfhydrate d'ammoniaque. Une cristallisation et un essorage, le donnent dans un grand état de pureté.

Ce produit ainsi purifié est employé par le ministère des postes et des télégraphes.

#### § IV. — AU MOYEN DE LA TOURBE.

**1° Généralités.** — La tourbe est un combustible fort intéressant, qui se forme, à l'époque actuelle, par la décomposition de végétaux aquatiques au fond des marais.

On trouve dans la tourbe de nombreux vestiges d'arbres qui se sont décomposés peu à peu sous une couche d'eau, plus ou moins profonde, et qui ont servi d'assise aux plantes qui ne vivent que sur le ligneux en décomposition.

Ces plantes se sont développées, sont mortes, et leurs débris accumulés ont servi de sol à une nouvelle végétation. C'est ainsi que s'est formée peu à peu la tourbe, dont l'épaisseur a été en augmentant jusqu'au moment où elle a affleuré le niveau de l'eau.

Les tourbières ont donc eu pour origine soit un lac, soit un étang, soit même un bras de mer, qui ont été ainsi comblés peu à peu par la tourbe.

Certains auteurs admettent qu'il faut 50 à 40 ans pour produire une épaisseur de 1 mètre de tourbe; d'autres estiment que dans les meilleures conditions, la production n'est guère que de 0,60 par siècle. Les uns et les autres ont raison, en ce sens qu'en un siècle il se forme 0,60 de tourbe de bonne qualité, tandis qu'en 50 ou 40 ans, une tourbière se charge d'environ 1 mètre d'une tourbe imparfaite qui ne vaut guère la peine d'être exploitée.

Il est nécessaire que l'eau des tourbières soit renouvelée, car dans une eau stagnante la décomposition des végétaux serait complète, et il ne se formerait pas de tourbe; mais il faut que le courant soit faible, et ne puisse pas entraîner les débris qui concourent à cette production.

On trouve en Picardie deux espèces de tourbe : l'une compacte et feuilletée,

qui a été produite par la décomposition de bois et de gros végétaux; l'autre légère, qui provient des prèles, des joncs, des mousses, qui se sont développés sur la première. Cette tourbe spongieuse se trouve dans certains cas remplie de produits minéraux, qui ont été mis en suspension, et amenés dans les tourbières par les inondations.

Ces produits minéraux, débris de coquilles et de roches, qui ont été retenus dans les pores de la tourbe, l'ont rendue difficile à brûler. On désigne sous le nom de tourbes à cendres, les produits de cette nature, qui ont une valeur environ moitié moindre que les autres.

La tourbe sortant de l'eau, se comporte comme de l'argile; on peut en faire une pâte molle, et la mouler facilement sous forme de briquettes, qui étant exposées à l'air sous des hangars, perdent rapidement une grande partie de leur eau, en prenant un retrait considérable, qui peut atteindre les 5/6 de leur volume primitif.

Lorsque la tourbe cesse de perdre de son poids à l'air dans ces conditions, elle est loin d'être sèche; elle retient en effet une proportion d'eau hygrométrique d'autant plus considérable, qu'elle est moins riche en matières minérales. Ainsi les tourbes de 1<sup>re</sup> qualité de la Somme retiennent de 10 à 30 pour 100 d'eau après une très longue exposition à l'air, tandis que dans les mêmes conditions, les tourbes à cendres en retiennent de 5 à 15 pour 100 seulement.

La proportion d'eau retenue par la tourbe dépend aussi de son état physique. Ainsi lorsqu'elle a été bien malaxée, puis moulée et desséchée à l'air pendant 6 mois sous un hangar, la tourbe de 1<sup>re</sup> qualité est compacte, et ne renferme que 10 à 14 pour 100 d'eau; tandis que la tourbe légère peut en renfermer, dans les mêmes conditions d'exposition à l'air, de 25 à 30 pour 100.

On peut donc admettre que la tourbe séchée à l'air retient de 10 à 30 pour 100 d'eau, suivant sa nature.

On doit chercher à produire de la tourbe, dure et compacte, dont la densité varie de 0,45 à 0,70, ne retenant que de 10 à 15 pour 100 d'eau, et contenant 5 à 15 pour 100 de cendres.

La tourbe, aussitôt extraite, est traitée de la façon suivante, d'après le procédé Challeton : elle est distribuée à un broyeur composé de hérissons et de cylindres cannelés, qui la désagrègent et la broient.

La pulpe de tourbe obtenue, tombe sur un crible à secousses, laissant passer la pulpe, mais retenant les matières herbacées et les racines, qui sont utilisées dans les foyers des chaudières à vapeur, actionnant l'atelier de traitement.

La pulpe épurée tombe dans une cuve en bois, munie d'un agitateur mécanique, maintenant la tourbe en suspension, mais laissant déposer le sable, le calcaire et les débris de coquilles.

On pourrait remplacer cet appareil par un crible-laveur, semblable à ceux qui servent au lavage des houilles menues.

La pulpe épurée, en suspension dans l'eau, est relevée au moyen d'une pompe et envoyée dans des caisses en bois de 2<sup>m</sup>,50/2<sup>m</sup>,50 et 0,60 de hauteur, disposées sur le sol de la tourbière, afin de laisser filtrer l'eau naturellement.

On peut remplacer ce dispositif par un appareil filtrant approprié. Au bout

de quelques heures, ou de quelques jours suivant la nature de la tourbe, et suivant le filtre employé, l'opération est terminée, et la tourbe forme alors une couche de 8 à 10 centimètres d'épaisseur.

Lorsque la matière est assez sèche pour être plastique, on procède au moulage à la main dans des cadres en bois; puis les briquettes formées sont mises à sécher sous un hangar.

Pour les bonnes tourbes, comme celles d'Essonne ou de la Somme, qui ne renferment pas de bancs de sable, ni de coquilles, et qui ne contiennent que 2 pour 100 environ de matières minérales, en dehors des cendres de constitution, on peut se dispenser de les soumettre au lavage.

Ce travail de la tourbe a été rendu entièrement mécanique, et a été beaucoup simplifié par MM. Bocquet et Bénard, extracteurs de tourbe, à Mareuil. Ces industriels ont pensé, qu'il était préférable de faire une pâte homogène avec la tourbe telle qu'elle se présente, et d'obtenir ainsi une seule qualité de briquettes dures et résistantes. Selon le cas, on procède de deux façons différentes :

1° Si la tourbière est importante, et si elle peut toujours porter un bateau, on fait usage d'une drague flottante, portant tous les appareils de préparation de la tourbe. Les produits relevés par la drague tombent alors dans les appareils de désagrégation et de broyage, qui les transforment en pâte homogène. Cette pâte, refoulée sur la berge, tombe dans des voitures mouleuses, qui la transforment en briquettes bien moulées, et légèrement pressées, qu'elles déposent sur une aire de séchage.

2° Si la tourbière ne peut porter le bateau, on procède à l'extraction au moyen d'un louchet mécanique.

Dans ce cas, on établit deux petites voies ferrées parallèles; l'une pour porter le louchet; l'autre pour les wagonnets, destinés à emmener la tourbe à l'usine de traitement.

Le produit sortant des broyeurs tombe dans un wagonnet-verseur, qui le conduit et le verse dans la trémie d'une mouleuse.

Les briquettes fabriquées sont disposées sur le séchoir, et le travail est le même que dans le premier procédé.

Par le procédé Challeton l'épuration est très complète, mais elle est coûteuse; par le procédé Bocquet et Bénard, au contraire, toute la tourbe est broyée et transformée en briquettes renfermant de 5 à 12 pour 100 de cendres, retenant 12 à 15 pour 100 d'eau et pesant 450 kilogrammes cubes.

Traitée par le procédé Challeton, la tourbe de Mareuil perdrait 50 pour 100 de son poids par l'expulsion des produits herbacés, et ne retiendrait que 5 pour 100 de cendres environ; mais son prix serait plus que doublé.

Le moulage mécanique permet en outre, par une compression plus forte que celle obtenue dans le moulage à la main, de réduire de moitié le nombre de briquettes, pour une même quantité de tourbe.

On réalise ainsi une grande économie de manutention, et on obtient des produits qui ne se déforment pas; en outre, comme leur dessiccation est plus lente, leur densité devient plus forte.

M. Kolb a déterminé, par une série d'essais à la litharge, la puissance calo-

rique des tourbes de diverses provenances ; il a trouvé que les bonnes tourbes sèches avaient un pouvoir calorifique variant de 3100 à 3500 calories.

On sait que le pouvoir calorifique du bois de chêne est de 3500 calories, et celui de la houille de 1<sup>re</sup> qualité, d'environ 6000 calories. La tourbe constitue donc un combustible industriel fort important, qui peut se prêter à de nombreux usages. On peut en effet l'utiliser de quatre façons différentes :

1° En la brûlant directement après étuvage, qui lui a fait abandonner son eau hygrométrique ;

2° En la transformant, par carbonisation, en un charbon utilisable dans les hauts fourneaux ;

3° En la gazéifiant au gazogène, mélangée à des combustibles inférieurs qui ne peuvent seuls être ainsi utilisés ;

4° Enfin en la gazéifiant seule dans des gazogènes spéciaux.

Indépendamment d'un charbon dur, la tourbe donne par carbonisation en vase clos, 60 pour 100 de gaz combustible, un goudron particulier riche en phénols, en paraffine et en acide acétique ; enfin de l'eau ammoniacale, représentant jusqu'à 2 pour 100 d'ammoniaque, du poids de la tourbe employée. Quand on gazéifie la tourbe dans des gazogènes, on peut également recueillir les produits ammoniacaux, qui représentent une valeur importante.

Nous avons vu précédemment, que la houille soumise à la distillation, donnait en moyenne 6 kilogrammes de sulfate d'ammoniaque par tonne ; que les eaux vannes en produisaient de 9 à 10 kilogrammes par mètre cube, selon la perfection de leur traitement ; tandis que la tourbe de première qualité peut en fournir jusqu'à 80 kilogrammes par tonne.

Les tourbes de seconde qualité fournissent encore 17 kilogrammes d'ammoniaque, soit 68 kilogrammes environ de sulfate d'ammoniaque par tonne ; et les tourbes de 5<sup>me</sup> qualité, 10 kilogrammes d'ammoniaque, soit environ 40 kilogrammes de sulfate.

La tourbe est donc la matière première la plus riche, et la plus avantageuse à traiter, comme nous le verrons plus loin.

Lorsque la tourbe doit être utilisée directement, sur des grilles de chaudières à vapeur, ou de fours métallurgiques, il faut lui faire perdre son eau hygrométrique. Il est judicieux de le faire également lorsqu'on doit la carboniser, afin d'avoir le plus grand rendement possible.

La dessiccation de la tourbe doit se faire pendant 36 à 48 heures à une température maximum de 100° ; car au delà de cette température, et déjà à 110 ou 115°, d'après les travaux de M. Kolb, la tourbe commence à se décomposer.

M. Lencauchez, qui a fait une étude approfondie de la tourbe, au point de vue de son emploi dans l'industrie, a proposé un système d'étuve en maçonnerie, pouvant contenir 40 à 50 tonnes de tourbe, qui peut être chauffée soit par les fumées des divers appareils d'une usine, soit par les produits de la combustion sur une grille, de résidus d'exploitation de la tourbe, ou de débris de magasins.

La description de cet ingénieux appareil nous entraînerait trop en dehors du cadre de notre programme ; nous renvoyons donc le lecteur au traité de la tourbe, publié chez Lacroix par M. Lencauchez, auquel nous avons emprunté de nombreux documents sur cette question.



La tourbe bien étuvée peut être employée sur les grilles des chaudières, des locomotives, et des fours à haute température; soumise à la carbonisation, elle fournit un charbon qui peut servir pour les usages domestiques, ou pour la métallurgie, à la place du charbon de bois.

La carbonisation de la tourbe peut être faite dans un four du système Knab modifié, chauffé au moyen d'un gazogène, et pourvu d'un récupérateur.

Les gaz et les vapeurs dégagés sont refroidis dans des condenseurs semblables à ceux des usines à gaz, afin de permettre de recueillir les goudrons et les eaux ammoniacales.

La quantité de gaz produite est assez considérable pour suffire à une bonne carbonisation; aussi le gazogène n'est-il en activité que pour la mise en marche des opérations.

Le charbon de tourbe doit, lors du défournement, être reçu dans des étouffoirs, car il continuerait à brûler au contact de l'air, à la façon du charbon de bois.

L'utilisation de la tourbe pour la production du gaz dans les gazogènes, permet également de recueillir les produits ammoniacaux. Comme nous l'avons indiqué précédemment, il peut se présenter deux cas : ou bien on emploie la tourbe mélangée à d'autres combustibles inférieurs; ou bien on l'emploie seule.

Dans le premier cas, la tourbe, à l'état de briquettes, permet par sa légèreté et sa solidité, de gazéifier trois à six fois son poids de mauvais combustible (menue houille, grasse, ou très-sèche, anthracite, lignite), en évitant les obstructions.

Enfin, comme la cendre de la tourbe est très réfractaire, elle s'oppose à la production de gros mâchefers, qui encombrant la partie inférieure des gazogènes, et en nécessitent le nettoyage fréquent.

On peut aussi employer la tourbe étuvée ou non, et renfermant 15 à 20 pour 100 d'eau.

On fait usage de tourbe étuvée, dans le cas où le combustible avec lequel elle est mélangée, ne produit que peu d'ammoniaque. Le gaz est alors utilisé directement au chauffage. Lorsqu'au contraire le combustible d'addition donne une proportion notable de produits ammoniacaux, on emploie la tourbe non étuvée, et on refroidit le gaz dans un réfrigérant ou dans un laveur-condenseur, afin d'obtenir des eaux ammoniacales qu'on traite ensuite pour fabriquer le sulfate d'ammoniaque.

Pour déterminer auquel des deux systèmes on doit s'arrêter, il faut connaître la quantité d'ammoniaque que le gazogène est susceptible de produire par jour, avec le mélange composant les charges, et en déduire le prix de revient du sulfate d'ammoniaque. Il suffit pour cela de déterminer la richesse en azote, de la tourbe et des combustibles de mélange, et de calculer d'après la composition des charges.

Ce mode d'emploi de la tourbe au gazogène mixte, peut rendre de grands services dans les contrées où, comme dans le midi de la France, en Allemagne et en Autriche, il y a des quantités considérables de lignites et d'anthracite, qu'on peut utiliser, en les mélangeant avec une forte proportion de tourbe.

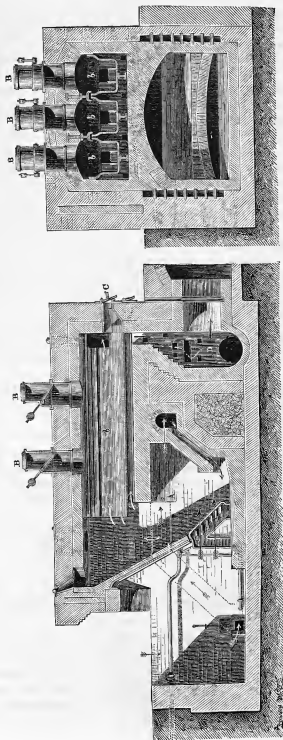


Fig. 24. — Gazogène distillateur pour la tourbe.

A. — Cuve du gazogène.

B, B, B. — Trémières de chargement de la tourbe.

b, b, b. — Cornues en fonte, où la tourbe se distille avant d'être poussée dans la cuve A.

c, c, c. — Clapets des ouvreaux de travail.

D. — Carneau de départ des produits gazeux se rendant à un condenseur, où ils abandonneront leurs produits ammoniacaux.

Dans le cas où la tourbe est employée seule au gazogène, elle ne doit pas être étuvée, afin de permettre une condensation facile des produits ammoniacaux dégagés.

On fait usage dans ce cas d'un gazogène spécial, dit distillateur, lorsqu'on doit gazéifier 7 à 10 tonnes de tourbe par vingt-quatre heures, ou bien d'un gazogène à cuve soufflée pour les plus grandes productions; ce dernier appareil produisant six à dix fois plus de gaz que les gazogènes ordinaires.

Le gazogène distillateur représenté fig. 24, que nous empruntons au *Traité de la Tourbe* de M. Lencauchez, est construit de façon à produire relativement de grandes quantités de gaz riches. Il se compose d'une cuve de gazogène ordinaire A, surmontée de trois bacs cornus en fonte *b, b, b*, dans lesquels la tourbe tombe des trémies de chargement B, B, B.

Dans ces cornues, la tourbe est d'abord séchée par le courant gazeux, puis distillée avant de se rendre sur les plans inclinés de la cuve. Le charbon produit, est poussé des cornues dans le gazogène, à l'aide d'un ringard qu'on introduit par chacun des clapets *c, c, c*.

Les produits gazeux mêlés à la vapeur d'eau et aux vapeurs ammoniacales s'engagent dans un conduit en maçonnerie D, et se rendent ensuite dans un condenseur ou dans un laveur, où ils abandonnent l'eau et les produits ammoniacaux.

La gazéification de la tourbe avec condensation des produits ammoniacaux, permet de tirer de cette matière tous les avantages industriels.

La tourbe dans ces conditions peut faire concurrence à la houille, même sur le lieu d'extraction de celle-ci.

Le tableau ci-dessous indique la richesse en azote de tourbes de diverses provenances. On peut admettre que les  $\frac{9}{10}$  de cet azote passent à l'état d'ammoniaque par la distillation.

TOURBES SÉCHÉES A L'AIR ET EMPILÉES A L'ÉTAT NATUREL	AZOTE POUR MILLE DE LA MATIÈRE à 20 p. $\frac{100}{10}$ d'eau
Tourbe de Mennecy . . . . .	24
— de Vulcaire, près Abbeville . . . . .	20.9
— de Tévin (Finistère). . . . .	17.0
— de Saumur . . . . .	6.5
— de Montoire (Loire Inférieure) . . . . .	5.5

En supposant 40 francs, pour le prix de vente de 100 kilog. de sulfate d'ammoniaque, et 20 francs pour les frais de leur fabrication, ce qui est un maximum, on voit que la tourbe de Mennecy, pouvant produire 86 kilog. de sulfate, laisserait un écart de 17<sup>fr</sup> 20 par tonne distillée, dont le prix d'achat peut varier de 17 à 18 francs. Il pourrait donc rester un léger bénéfice à la fabrication du sulfate, et tout le gaz de chauffage pour rien.

Pour la tourbe de Montoire, qui est la plus pauvre, on aurait un écart de 4',40 sur le sulfate, qui dégrèverait d'autant le prix d'achat. Si l'on admet 12 francs pour le prix de la tonne de cette tourbe, il ne serait plus que de 7',60, et en admettant que deux tonnes de cette matière soient nécessaires pour produire le même effet qu'une tonne de houille, la dépense serait de 15',20, c'est-à-dire moindre que le prix d'une tonne de houille, dans la plupart des centres industriels.

## 2° TRAITEMENT DES EAUX AMMONIACALES.

Les eaux ammoniacales provenant de la distillation de la tourbe sont chargées de goudrons; on les reçoit dans une citerne en maçonnerie, divisée en deux compartiments qui sont en communication par la partie inférieure.

Le mélange laisse déposer une grande partie du goudron, qui se rassemble à la partie inférieure du premier compartiment, et passe dans le second; tandis que l'eau ammoniacale claire reste dans le premier, et peut être envoyée aux appareils.

Les citernes sont couvertes, pour éviter toute perte de produits utiles, et pour ne pas incommoder le voisinage.

A côté de ces réservoirs s'en trouve un autre, qui reçoit les eaux ammoniacales peu concentrées, qu'on a intérêt à faire retourner aux appareils laveurs et condenseurs, pour les enrichir avant de les traiter, pour en extraire les produits ammoniacaux.

L'appareil de traitement des eaux déposées, et privées de matières goudroneuses, est représenté fig. 25; il se compose essentiellement de quatre parties :

1° D'une colonne de délégation A en fonte, permettant d'extraire les sels volatils;

2° D'un système de condenseurs *c*, *c'* à rétrogradations, pour enrichir les vapeurs ammoniacales, avant de les envoyer dans l'acide sulfurique;

3° D'un cylindre horizontal B, à agitateur mécanique, dans lequel on fait arriver la vapeur de chauffe, et le lait de chaux nécessaire à la décomposition des sels ammoniacaux fixes;

4° D'un saturateur des vapeurs ammoniacales.

Les eaux à traiter arrivent à la partie inférieure du bac d'un des condenseurs rétrogradeurs *c*; elles s'échauffent, et passent de la même façon dans le bac du second condenseur *c'*, pour pénétrer ensuite dans la colonne A, par le tube-siphon *a*.

Elles abandonnent alors les sels volatils, en descendant dans la colonne, tandis que les vapeurs qu'elles dégagent s'enrichissent, en traversant de bas en haut les tronçons supérieurs, avant de se rendre aux condenseurs *c* et *c'*, et enfin au bac à acide.

Les eaux arrivant dans la partie cylindrique B, se trouvent mélangées à une proportion de chaux suffisante pour assurer la décomposition complète des sels fixes. Elles se dépouillent alors peu à peu de produits ammoniacaux, et s'écoulent enfin par un tube-siphon *s*, situé à l'extrémité opposée du cylindre.

L'appareil est chauffé par la vapeur d'échappement d'une machine à vapeur,

arrivant en V, si l'usine se trouve à proximité d'un atelier pouvant ainsi l'alimenter, ou bien par la vapeur d'une chaudière spéciale.

Le lait de chaux nécessaire à l'opération est préparé dans un malaxeur D; il est introduit dans l'appareil par un gros tuyau-siphon *d*.

L'agitateur mécanique F, qui occupe toute la longueur du cylindre, assure la perfection du mélange, et facilite le départ de l'ammoniaque.

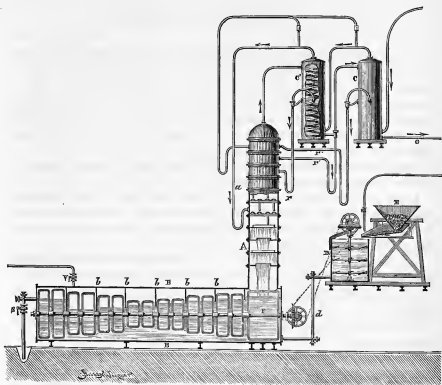


Fig. 25. — Appareil pour le traitement des eaux ammoniacales.

A. Colonne en fonte pour l'extraction des sels volatils, et l'enrichissement des vapeurs. — *a*. Siphon d'entrée des eaux ammoniacales. — B. Cylindre pour l'épuisement des eaux et la décomposition des sels fixes, par la chaux. — *b, b, b*. Lames en tôle arrêtant les vapeurs et les forçant à barboter dans le liquide. — CC'. Condenseurs rétrogradeurs. — D. Malaxeur à chaux. — E. Distributeur de chaux. — F. Agitateur mécanique. — G. Départ des vapeurs ammoniacales se rendant au saturateur. — S. Sortie des liquides épuisés. — V. Arrivée de la vapeur de chauffe.

Le cylindre B porte des lames verticales en tôle, telles que *b, b, b*, qui arrêtent les vapeurs, et les forcent à barboter dans le liquide, pour en faciliter l'épuisement méthodique.

Ce n'est qu'après avoir épuisé le liquide, et s'être enrichie en ammoniaque, que la vapeur entre dans la colonne, où elle rencontre les eaux ammoniacales qu'elle dépouille de leurs sels volatils.

Les vapeurs mixtes qui sortent de la colonne traversent successivement les

deux condenseurs; abandonnent la plus grande partie de leur eau, qui rétrograde à la colonne par les tuyaux  $r$ ,  $r'$ ,  $r''$ , à des points différents, et se rendent ensuite dans l'acide sulfurique des chambres à  $55^{\circ}$ , où elles se saturent en produisant directement du sulfate cristallisé.

Il faut, dans la conduite de l'opération, faire en sorte que la température des gaz et des vapeurs sortant du dernier serpentin ne soit pas trop basse, afin d'éviter la condensation du carbonate d'ammoniaque, qui obstruerait les tuyaux. La température la plus convenable est de  $25$  à  $30^{\circ}$  centigrades.

## CHAPITRE V

### FABRICATION DE L'ALCALI VOLATIL, DU CHLORHYDRATE, DES PHOSPHATES D'AMMONIAQUE ET DU CARBONATE D'AMMONIAQUE

#### § 1. — FABRICATION DE L'ALCALI VOLATIL AMBRÉ, ET BLANC.

1° *Fabrication ancienne.* — L'alcali volatil est une dissolution aqueuse de gaz ammoniac, plus ou moins saturée, et plus ou moins pure.

Pendant longtemps on a fabriqué exclusivement ce produit en décomposant le chlorhydrate d'ammoniaque par la chaux. On obtenait ainsi de l'ammoniaque très-pure, qui après lavage était dissoute dans l'eau.

En raison du prix élevé du sel ammoniac, on a dû recourir au sulfate, qui est un produit moins cher.

La décomposition du sel ammoniacal par la chaux éteinte s'effectue dans une chaudière en fonte, munie d'un agitateur mécanique, et chauffée par un foyer.

On obtient ainsi de l'alcali très-pur, si l'on a eu soin d'employer le sulfate d'ammoniaque provenant des eaux vannes, qui ne contient pas les traces d'alcaloïdes, qui souillent les sels ammoniacaux fabriqués avec les eaux du gaz.

Actuellement on ne prépare plus ainsi l'alcali que dans des cas tout particuliers; on fabrique directement ce produit, au moyen des eaux ammoniacales du gaz, ou des eaux vannes.

2° *Alcali ambré.* — On obtient l'alcali ambré au moyen des eaux d'épuration du gaz. On peut employer pour cela l'appareil A. Mallet, que nous avons décrit précédemment dont les produits gazeux sont envoyés, après refroidissement complet, dans de l'eau où ils se dissolvent.

La dissolution ainsi obtenue renferme une certaine quantité de produits empyreumatiques et d'alcaloïdes huileux qui la font jaunir avec le temps, surtout à la lumière. C'est pour cela qu'on a désigné ce produit sous le nom d'alcali *ambré*.

On peut cependant obtenir, avec les eaux du gaz, de l'alcali blanc, ne se colorant pas avec le temps, en opérant d'une façon plus parfaite l'épuration du gaz ammoniac, avant de le dissoudre dans l'eau.

3° *Alcali blanc.* — On peut fabriquer l'alcali blanc au moyen de l'appareil A. Mallet représenté fig. 45, mais légèrement modifié; cet appareil se compose

alors essentiellement : 1° de 5 chaudières C, D, E, en tôle, disposées à des niveaux différents, et chauffées par le même foyer ;

2° D'un réchauffeur tubulaire A, dans lequel les eaux ammoniacales froides sont chauffées jusque vers 80 degrés par les vapeurs des chaudières ;

3° D'une colonne distillatoire en fonte, composée de 7 plateaux à calottes, qui n'est pas représentée sur la figure ;

4° D'un analyseur tubulaire en fonte G, qui est fortement refroidi par un courant d'eau.

Les produits gazeux qui sortent de ce dernier organe traversent, avant de se rendre dans l'eau, un épurateur spécial que nous décrirons plus loin.

Un appareil de ce système, comportant des chaudières ayant de 1<sup>m</sup>,60 de diamètre, et respectivement de 0<sup>m</sup>,80 — 1<sup>m</sup>,10 — 1<sup>m</sup>,55 de hauteur, reçoit 4 hectolitres d'eau ammoniacale par charge. On fait une charge toutes les 5 heures ; ce qui permet de traiter 9 mètres cubes de liquide par vingt-quatre heures.

On opère avec cet appareil, d'une manière générale, comme avec celui décrit précédemment chapitre II, § 2, page 51, sauf quelques modifications.

Ainsi dans le cas de la fabrication de l'alcali, on ne charge pas l'eau du gaz dans la chaudière C, mais on y introduit seulement les liquides condensés dans les tubes du réchauffeur A, dans la colonne, et dans l'analyseur. Ces eaux qui se rassemblent dans la capacité B sont très riches en ammoniacque ; on les mélange avec de la chaux éteinte en poudre, en quantité suffisante pour caustifier tous les produits contenus dans la charge d'une chaudière.

Les vapeurs dégagées par les chaudières E et D barbotent dans ce mélange et achèvent ainsi de se caustifier.

Les eaux brutes, échauffées dans le vase A, sont envoyées directement dans la chaudière D, où elles sont mélangées avec la chaux venant de la chaudière C.

Les vapeurs sortant du réchauffeur traversent les plateaux de la colonne F, et s'enrichissent ainsi, en dépouillant méthodiquement les eaux très riches, qui se sont condensées dans l'analyseur G, et qui descendent.

Si l'on ne faisait pas barboter les vapeurs, sortant des chaudières, dans un lait de chaux, l'ammoniacque dégagée serait souillée par une forte proportion de sels ammoniacaux volatils, qui se trouvent ainsi décomposés.

Comme on le voit, dans ce cas, la chaudière C fonctionne comme laveur caustificateur, et comme chaudière d'épuisement des liquides condensés dans les parties supérieures de l'appareil.

L'analyseur tubulaire G qui est traversé par un courant d'eau, refroidit énergiquement le courant gazeux, et arrête ainsi une proportion considérable des produits volatils étrangers, qu'il faudrait sans cela éliminer par l'action de réactifs coûteux. En outre il condense la presque totalité de l'eau, qui porterait une perturbation dans le travail ultérieur d'épuration, en diluant les réactifs.

A la suite de l'analyseur, le gaz ammoniac entraîne encore de petites quantités de sels ammoniacaux volatils, de corps neutres, et des traces d'ammoniacques composées. Il faut faire subir à ce mélange une épuration aussi parfaite que possible avant de l'envoyer dans l'eau, afin d'obtenir de l'alcali blanc, ne jaunissant pas à l'air.



La fig. 26 représente l'appareil épurateur employé à cet effet par M. Mallet, ainsi que le saturateur, où l'ammoniaque très-pure vient enfin se dissoudre dans l'eau.

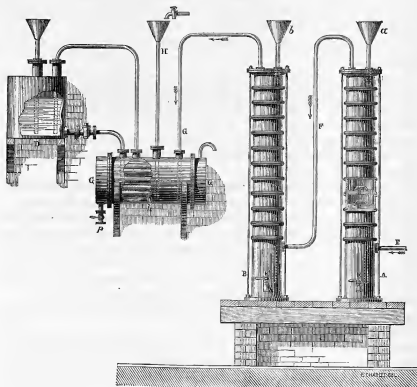


Fig. 26. — Appareil de M. Mallet pour l'épuration et la dissolution du gaz ammoniac dans l'eau.

- A — Colonne composée de 14 plateaux.
- a — Entonnoir pour la soude.
- B — Colonne composée de 14 plateaux.
- b — Entonnoir pour l'huile.
- C — Saturateur tubulaire en tôle et fer, dans les tubes duquel passe un courant d'eau froide arrivant par *p*.
- D — Vase de sûreté, en fonte, dans lequel passe le gaz qui a échappé à la condensation dans C.
- E — Tuyau d'arrivée des gaz dans la colonne A.
- F — Tuyau d'arrivée des gaz dans la colonne B.
- G — Tuyau d'arrivée du gaz ammoniac dans le saturateur.
- H — Tuyau de sûreté, permettant l'introduction de l'eau dans le saturateur.
- KK' — Robinets permettant de vider les colonnes A et B.

Cet appareil se compose d'une première colonne en fonte A, de 0<sup>m</sup>,45 de diamètre, formée de 14 plateaux contenant une lessive concentrée de soude caustique, qui est introduite par l'entonnoir supérieur *a*;

2° D'une colonne semblable B, dans laquelle on met de l'huile grasse végétale, ou bien de l'huile lourde de schiste;

3° D'un saturateur tubulaire en fer C, dans les tubes duquel passe un courant d'eau aussi froide que possible, pour refroidir la dissolution ammoniacale, au fur et à mesure de la saturation;

4° D'un vase de sûreté D en fonte, dans lequel se condense le gaz qui a échappé à l'action de l'eau dans le saturateur.

Le gaz sortant de l'appareil producteur, que nous avons décrit précédemment, arrive par le tuyau E à la base de la colonne A; il traverse cette colonne en abandonnant à la soude la plus grande partie de ses impuretés, en même temps que la caustification des traces de sels volatils entraînés s'effectue d'une façon complète.

Le gaz ammoniac, sortant de A, entre par le tuyau F dans la colonne B, où il abandonne à l'huile les produits empyreumatiques, et la plus grande partie des alcaloïdes huileux entraînés.

Enfin, le gaz épuré se dissout dans l'eau contenue dans le saturateur C.

Lorsque la dissolution est au degré convenable, on la soutire par le robinet h. On fait aussitôt écouler le liquide de D dans C, et l'on ajoute par l'entonnoir H, l'eau nécessaire pour compléter une nouvelle charge. En même temps on remet de l'eau dans le vase de sûreté D, et l'on recommence une nouvelle opération. L'alcali volatil ainsi obtenu est blanc, et se conserve ainsi même à la lumière; néanmoins, il renferme encore des traces de produits étrangers, qui font qu'il se colore en rose, ou en brun plus ou moins foncé, par l'action de l'acide azotique.

On peut épurer aussi le gaz ammoniac, en le faisant passer à travers de longues colonnes remplies de charbon de bois léger, récemment refroidi et concassé, pour retenir les produits empyreumatiques. Le charbon de ces filtres doit être renouvelé assez fréquemment pour donner un résultat satisfaisant.

Lorsqu'on veut obtenir de l'ammoniaque en dissolution aqueuse ne donnant pas de coloration par l'action de l'acide azotique, il faut fabriquer ce produit en décomposant par la chaux du sel ammoniac sublimé, ou du sulfate d'ammoniaque obtenu au moyen des eaux vannes.

On peut plus simplement employer dans ce cas, les eaux vannes concentrées obtenues comme nous l'avons vu précédemment, ou utiliser directement les vapeurs sortant des appareils servant au traitement des eaux vannes.

L'appareil de M. Mallet se prête également bien, à la fabrication directe de l'alcali dans ces conditions.

La Cie Lesage fabrique une quantité importante d'alcali volatil très pur, au moyen de la dissolution de carbonate d'ammoniaque brut à 16 degrés Baumé, obtenue dans les appareils Margueritte et Sourdeval, comme nous l'avons indiqué. L'appareil employé se compose de trois parties distinctes: 1° d'un caustificateur, 2° d'un système d'épurateur, et 3° d'un saturateur.

Le caustificateur est formé d'un cylindre vertical en tôle A, fig. 27 muni d'un agitateur qu'on peut manœuvrer à la main. A la partie inférieure se trouve un système de serpentín de chauffe à vapeur V V', avec retours d'eau.

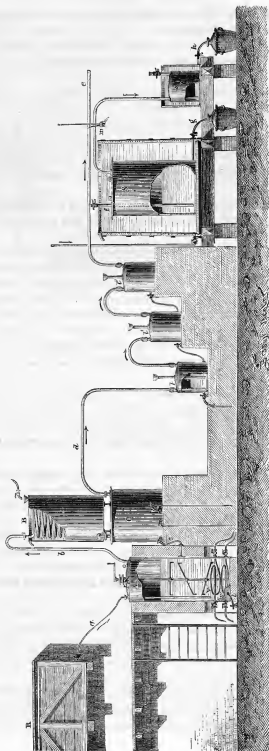


Fig. 27. — Disposition d'ensemble de l'appareil de la Compagnie Lesage, pour la fabrication de l'alcali volatil.

A. Caustificateur en tôle. — *a*. Arrivée de carbonate d'ammoniaque. — B. Réfrigérant. — *b*. Arrivée des vapeurs. — C. Réservoir pour les liquides condensés. — *c*. Rétrogradateur. — *d*. Départ de gaz. — *e*. Tuyau conduisant le gaz dans les saturateurs S. — *f*. Plongeur. — *g*. Sortie de l'alcali. — *h*. Sortie de l'alcali. — *i* l' l'. — Lavours à soude caustique. — *m*. Manomètre à eau. — *o*. Trou pour la chaleur. — S. Saturateur. — *s*. Vase de stérilisation. — *t*. Vidange du caustificateur. — R. Réservoir du carbonate d'ammoniaque. — VVV. Serpentin de vapeur.

Un gros ajutage *t*, muni d'une manchette en caoutchouc pouvant être serrée par une pince de Mohr, permet de vider l'appareil, lorsque l'opération est terminée.

La partie supérieure du cylindre porte : 1° un tuyau plongeur *a* muni d'un caoutchouc à pince, servant à l'introduction de la dissolution de carbonate, contenue dans le bac en plomb R; 2° un tuyau *b* pour le départ des vapeurs; 3° un orifice pour l'introduction de la chaux.

Le système dépurateur se compose; 1° d'un réfrigérant B en tuyaux de fer, disposé dans un bac traversé par un courant d'eau, afin de condenser l'eau entraînée, qui se rassemble dans le vase en tôle C, renfermant un serpentín de chauffe, et portant un tuyau *c* de retour des liquides dans le caustificateur;

2° D'une série de 5 vases laveurs en plomb, *l*, *l'*, *l''*, renfermant une lessive de soude caustique à 26 degrés, qu'on peut faire descendre successivement de *l''* dans *l'* et dans *l*.

Le saturateur est formé essentiellement d'un vase cylindrique en tôle S, fixé dans une cuve en bois, remplie d'eau froide constamment renouvelée. Ce vase renferme l'eau destinée à dissoudre le gaz ammoniac, arrivant par le tube *e* et par le plongeur *f*. La partie des gaz qui échappe à la condensation, passe dans le vase S semblable au premier.

Les tubes à pince *g* et *h* permettent de faire écouler la dissolution ammoniacale, et de la recueillir dans des touries.

Un manomètre à eau *m*, formant en même temps tube de sûreté, indique à chaque instant la pression dans l'appareil.

Sur la conduite *e* se trouvent disposés plusieurs saturateurs semblables, pour permettre d'effectuer un travail continu, sans aucune perte d'ammoniaque.

Pour fabriquer l'alcali avec cet appareil, on procède de la façon suivante :

On introduit dans le caustificateur A une quantité de lait de chaux largement suffisante pour décomposer tous les sels ammoniacaux contenus dans la charge de 250 litres environ, de dissolution de carbonate à 16 degrés Baumé; puis on introduit peu à peu cette charge par le tuyau *a*; il faut environ trois heures pour faire le mélange complet. La décomposition des sels ammoniacaux s'effectue rapidement, et après 4 heures on peut chauffer avec précaution pour faire dégager l'ammoniaque mise en liberté, en envoyant d'abord doucement la vapeur dans l'un des serpentins, puis dans les deux.

Il sort ainsi du caustificateur un mélange d'ammoniaque, de carbonate d'ammoniaque et de vapeur d'eau, qui se refroidit dans le serpentín B, et produit un liquide ammoniacal impur qui se rassemble dans le vase C.

Ce liquide est ramené dans le vase A après un chauffage modéré, pour lui faire abandonner la plus grande partie de son ammoniaque.

Les produits gazeux sortant du vase C se rendent par le tube *d* dans les trois laveurs à soude caustique, où les dernières traces de sels ammoniacaux entraînés sont décomposées. Enfin, l'ammoniaque se rend dans l'eau du vase S, où elle se dissout.

Lorsque, après examen d'un échantillon pris au tube *g*, on reconnaît que la dissolution ammoniacale a atteint la richesse désirée, on la soutire dans des touries.

Pendant ce soutirage, le tuyau *f* est fermé par une pince, et le gaz ammoniacal est envoyé dans un second saturateur semblable au premier, non représenté sur la figure.

Lorsque la charge du caustificateur est épuisée, ce qu'on reconnaît facilement à l'arrêt du dégagement gazeux dans les laveurs, on ferme le robinet de vapeur, et on vide l'appareil par l'ajutage *t*, pour recommencer aussitôt une nouvelle opération.

Les liqueurs sortant de l'appareil retiennent encore un peu de produits ammoniacaux. On les reçoit dans un bassin, où elles laissent déposer le carbonate de chaux et la chaux en suspension ; puis le liquide clair est saturé par l'acide chlorhydrique. On obtient ainsi par évaporation une certaine quantité de chlorhydrate d'ammoniaque. Il est préférable d'opérer ainsi, et de ne pas pousser trop loin l'épuisement des liqueurs, ce qui entraînerait une trop grande quantité de vapeur d'eau, qui diluerait les solutions de soude, et perdrait d'ailleurs beaucoup de temps.

L'ammoniaque aqueuse, ainsi préparée, ne se colore ni par l'action de la lumière, ni par l'acide azotique. Ce produit contient les impuretés de l'eau ordinaire employée à faire la dissolution, à moins qu'on n'ait fait usage d'eau distillée.

Elle peut renfermer, en outre, du carbonate d'ammoniaque en petite quantité. Pour l'obtenir parfaitement pure pour les usages des laboratoires, il faut la distiller avec un peu de chaux éteinte, et recueillir les produits gazeux dans de l'eau distillée.

Lorsque la dissolution ammoniacale est pure, elle ne laisse aucun résidu par évaporation sur une lame de platine; elle ne précipite pas les sels de chaux et, après saturation par l'acide azotique pur, elle ne précipite pas l'azotate d'argent.

On pourrait avantageusement, à notre avis, remplacer les trois laveurs à soude caustique, de l'appareil précédent, par une petite colonne en fonte, à plateaux, comme celle indiquée plus haut, et alimentée par une lessive de soude caustique.

L'alcali volatil est plus léger que l'eau ; on le fabrique à divers degrés de richesse, selon les usages auxquels il est destiné. Le plus généralement il est à 22° de l'aréomètre de Cartier, soit à 0,918 de densité ; on en fait aussi à 24° ou 0,904 de densité, et une petite quantité à 28° C ou 0,881.

La table ci-dessous, dressée par Carius, indique la densité des solutions ammoniacales de richesse déterminée.

DENSITÉS A + 14° DES SOLUTIONS D'AMMONIAQUE DANS L'EAU.  
D'APRÈS CARIUS

DENSITÉS	AMMONIAQUE	DENSITÉS	AMMONIAQUE	DENSITÉS	AMMONIAQUE
	p. 100		p. 100		p. 100
0,9959	1	0,9484	13	0,9106	25
0,9915	2	0,9449	14	0,9078	26
0,9873	3	0,9414	15	0,9052	27
0,9831	4	0,9380	16	0,9026	28
0,9790	5	0,9347	17	0,9001	29
0,9749	6	0,9314	18	0,8976	30
0,9709	7	0,9283	19	0,8953	31
0,9670	8	0,9251	20	0,8929	32
0,9631	9	0,9221	21	0,8907	33
0,9593	10	0,9191	22	0,8885	34
0,9556	11	0,9162	23	0,8864	35
0,9520	12	0,9133	24	0,8844	36

L'ammoniaque est employée en médecine, comme rubéfiant, comme révulsif, et pour provoquer la vésication. Administrée en très-petite quantité et très-diluée, elle permet de combattre les effets de l'ivresse alcoolique; et dans la médecine vétérinaire pour combattre le météorisme, en absorbant l'acide carbonique.

Les laboratoires de chimie font un fréquent usage de l'ammoniaque comme réactif.

Elle a reçu, dans l'industrie, des applications nombreuses et fort importantes; elle sert notamment au lavage et au dégraissage des tissus de laine; elle est employée pour mettre en suspension les écailles d'ablettes, au moyen desquelles on fabrique les perles fausses.

La fabrication de la cochenille ammoniacale et de l'orseille en consomme des quantités considérables.

Elle sert également, depuis un certain nombre d'années, à l'obtention du froid artificiel, au moyen des appareils du système Carré, et des machines du système Lindé.

Pour cette application on emploie l'alcali à 28° Cartier.

C'est, comme on le sait, en traitant l'eau salée saturée d'ammoniaque caustique par l'acide carbonique, dans des appareils à colonne, que MM. Solvay fabriquent le bicarbonate de soude, qui par la torréfaction donne le carbonate de soude, ou soude artificielle. C'est là, sans contredit, aujourd'hui l'application la plus considérable de l'ammoniaque.

## § II. — CHLORHYDRATE D'AMMONIAQUE.

1° *Par les eaux vannes.* — On fabrique une certaine quantité de chlorhydrate d'ammoniaque, avec la dissolution concentrée de carbonate brut, obtenue accessoirement pendant la fabrication du sulfate, au moyen des eaux vannes.

Nous avons indiqué précédemment, chap. I<sup>er</sup>, § II, en décrivant l'appareil de MM. Margueritte et Sourdeval, que les vapeurs sortant de la colonne distillatoire se rendaient dans un puissant serpentin, refroidi par l'eau vanne, où elles s'enrichissaient par la condensation de la plus grande partie de l'eau entraînée, qui rétrogradait dans la colonne ; tandis que les vapeurs de carbonate d'ammoniaque, continuaient à parcourir les dernières spires du serpentin, et se condensaient partiellement, en formant une dissolution saturée.

Cette dissolution est recueillie dans un vase, disposé à la partie inférieure de l'appareil. Le carbonate d'ammoniaque non condensé va se rendre dans l'acide sulfurique, où l'ammoniaque est retenue à l'état de sulfate.

Cette dissolution, saturée de carbonate d'ammoniaque, marquant 16° Baumé, est utilisée, à la compagnie Lesage, non seulement pour fabriquer l'alcali volatil, mais aussi pour préparer du chlorhydrate d'ammoniaque. On l'extrait de l'appareil au fur et à mesure de sa condensation, et on la met dans des touries, qui sont ensuite transportées dans l'atelier spécial, où elle est transformée en chlorhydrate.

On opère de la façon suivante :

Sur le bord d'un plancher disposé à un niveau convenable, on dispose une série de touries renfermant, les unes la dissolution de carbonate d'ammoniaque, les autres de l'acide chlorhydrique ordinaire, à 18-20° B. du commerce.

En contre-bas de ce plancher, se trouve un grand bac rectangulaire, en bois doublé de plomb, muni d'un couvercle portant un gros tuyau en rapport avec une cheminée d'appel.

A l'aide de siphons en verre et en plomb, on fait écouler en même temps dans le bac, l'acide chlorhydrique et le liquide ammoniacal, contenus dans les touries, de telle sorte qu'ils se neutralisent d'une façon continue.

Pendant toute la durée de l'opération, il se dégage un mélange d'acide carbonique et d'acide sulfhydrique, qui est évacué par la cheminée d'appel ; en même temps la température du liquide s'élève, et rend la saturation plus difficile à conduire, à cause de la volatilité du carbonate d'ammoniaque.

Lorsque le bac est suffisamment rempli, on arrête les siphons en ayant soin, après brassage, de s'assurer que le liquide est légèrement acide, puis on procède à son évaporation, à l'aide d'un puissant serpentin en plomb, disposé sur le fond du bac, et qui peut être chauffé par la vapeur.

Pendant cette seconde période de l'opération, le bac est découvert ; mais afin de diriger les vapeurs dans la cheminée d'appel, qui doit les conduire hors de l'atelier, on abat des espèces de volets en bois, qui relient momentanément les bords du bac avec la hotte, dont la cheminée d'appel est le prolongement. De cette façon les ouvriers ne sont nullement incommodés par la buée, qui est complètement évacuée hors de l'atelier.

Lorsque la concentration est terminée, on arrête la vapeur du serpentin, et on fait écouler la dissolution de chlorhydrate dans des cristallisoirs en bois doublé de plomb, où elle se refroidit lentement, en abandonnant le chlorhydrate d'ammoniaque en cristaux parfaitement blancs.

Dans cette fabrication, les robinets, qui ne faisaient qu'un mauvais service, à cause de l'action énergique du chlorhydrate sur les métaux, sont remplacés

par des manches en caoutchouc épais, qu'on comprime avec des pinces de Mohr.

Le sel ammoniac doit être obtenu en petits cristaux denses, et pas trop fins, pour satisfaire aux exigences du commerce.

Afin d'éviter la formation de trop gros cristaux, on doit troubler la cristallisation en remuant le liquide deux ou trois fois par jour. Le degré de concentration des liqueurs joue un grand rôle dans la qualité des cristaux obtenus.

Lorsque la cristallisation est achevée, ce qui a lieu au bout d'un nombre variable de jours, suivant les dimensions des cristallisoirs, et suivant la température ambiante, on fait écouler l'eau mère de chacun des cristallisoirs, en débouchant un ajutage disposé à cet effet. On enlève le sel à l'aide de pelles en bois, pour le mettre à égoutter dans des paniers disposés au-dessus des cristallisoirs, puis on le porte au séchoir.

Le sel ammoniac ainsi obtenu, parfaitement blanc, est mis dans des fûts en bois pour être livré au commerce.

L'eau mère provenant de cette cristallisation, qui est très riche en sel ammoniac, est remise dans une opération suivante :

M. Kuentz a proposé de fabriquer le chlorhydrate d'ammoniaque, en utilisant directement les vapeurs qui se dégagent des colonnes, dans lesquelles on traite les eaux vannes, en procédant de la façon suivante : On attaque du phosphate de chaux naturel par l'acide chlorhydrique, de façon à obtenir une dissolution de phosphate acide de chaux et de chlorure de calcium :



Ce mélange étant introduit dans un appareil fermé, on y fait arriver les vapeurs ammoniacales sortant d'une colonne, qui sont constituées surtout par des carbonates d'ammoniaque, et par un peu d'ammoniaque; ou bien on le traite par des eaux ammoniacales concentrées. Il se forme alors du phosphate bicalcique, et du carbonate de chaux qui se précipitent, tandis que l'ammoniaque est retenue à l'état de chlorhydrate, qui reste en dissolution. On sépare le précipité par filtration; on évapore la liqueur, et on termine l'opération comme nous l'avons indiqué.

Le mélange de phosphate bicalcique et de carbonate de chaux sert pour l'agriculture; il représente une valeur beaucoup plus grande que celle du phosphate naturel, et dégrève ainsi la fabrication du chlorhydrate d'ammoniaque; la totalité de l'acide chlorhydrique sert à faire ainsi du sel ammoniac, comme s'il n'avait pas servi à la transformation préalable du phosphate naturel en phosphate assimilable.

Les produits incondensables dans la liqueur de sels de chaux, sont envoyés dans un épurateur à chaux, et enfin dans un foyer spécial chauffé au coke, afin de détruire les odeurs infectes que dégagent toujours les eaux vannes.

Nous ne pensons pas que ce procédé ingénieux ait été encore mis en pratique en grand dans l'industrie.

2° *Par les eaux du gaz.* — En Angleterre et en Écosse, la fabrication du chlorhydrate d'ammoniaque au moyen des eaux goudronneuses du gaz, est très



importante; la plupart des usines traitent directement par l'acide chlorhydrique ces eaux bien décantées, et concentrent par évaporation la dissolution de sel ammoniac ainsi obtenue.

D'après Knapp, l'usine de Kurtz, Cropper et C<sup>ie</sup>, à Liverpool, traite de cette façon, les eaux fournies par deux grandes usines à gaz, auxquelles elle est reliée par des canaux. Le transport des eaux s'effectue très-économiquement dans des bateaux en tôle. Elles sont extraites de ces bateaux au moyen de pompes, et emmagasinées dans des citernes de 4 à 5000 mètres cubes de capacité, où elles sont ensuite puisées, au fur et à mesure des besoins de la fabrication.

La saturation s'effectue dans des cuves en bois; on introduit d'abord dans ces cuves la quantité d'eau qu'on veut saturer à la fois, puis on y fait arriver peu à peu l'acide chlorhydrique du commerce. Le liquide est mis en mouvement pendant toute la durée de la saturation, au moyen d'un agitateur mécanique, de façon à rendre le mélange aussi parfait que possible.

Les cuves, dont la capacité est de 60 à 80 mètres cubes, sont fermées de façon à permettre d'envoyer sous la grille d'un foyer les produits gazeux mis en liberté par l'acide. Ces produits sont formés surtout d'acide carbonique et d'acide sulfhydrique, entraînant des produits empyreumatiques.

L'acide sulfhydrique se trouve ainsi transformé en acide sulfureux, et les vapeurs empyreumatiques donnent de l'eau et de l'acide carbonique; de telle sorte que le courant gazeux qui se rend dans la cheminée d'évacuation ne peut incommoder le voisinage.

Les matières goudroneuses qui étaient dissoutes dans les eaux à la faveur de l'ammoniaque, deviennent insolubles par la saturation de la liqueur, et se rassemblent au fond des cuves. Après 3 ou 4 jours de repos, les liquides éclaircis sont écoulés dans un réservoir, pour être ensuite envoyés dans les chaudières de concentration.

Le dépôt goudronneux qui s'est rassemblée au fond des cuves, n'est enlevé qu'après un certain nombre d'opérations, pour être traité en vue de l'extraction des huiles qu'il contient.

La dissolution de sel ammoniac obtenue est fortement colorée; sa densité est de 1,025 environ. Il faut l'amener à une densité de 1,25, pour qu'elle abandonne des cristaux en quantité convenable par le refroidissement.

La concentration des liqueurs s'effectue dans des chaudières en fonte, chauffées directement par des foyers.

Pendant cette opération il se sépare des quantités assez notables de matières goudroneuses, qui deviennent insolubles à mesure que la liqueur se concentre, et qu'on enlève avec des écumoirs.

Les liqueurs étant toujours légèrement acides, la concentration fait augmenter cette acidité, au point de faire craindre l'attaque rapide des chaudières, et par suite, l'introduction dans le produit, d'une quantité notable de fer, fort nuisible.

En ajoutant une quantité convenable de craie ou de chaux, on évite ces inconvénients.

Lorsque la dissolution est concentrée au degré convenable, on la fait écouler dans des cristallisoirs de 2 mètres de diamètre et de 1 mètre de hauteur, où

elle est abandonnée jusqu'à ce que la cristallisation soit achevée, ce qui a lieu au bout de 8 à 10 jours<sup>1</sup>.

Le sel ammoniac étant destiné à la sublimation, doit être sous forme de petits cristaux grenus, qui permettent mieux que les gros cristaux de remplir les appareils de sublimation. A cet effet on remue 3 ou 4 fois par jour les liqueurs, pour troubler la cristallisation, et éviter la formation de cristaux trop développés.

Le sel ammoniac brut, se présente alors sous la forme de cristaux grenus, d'une couleur brune foncée, qui est due à des produits empyreumatiques.

On purifie ce produit par une sorte de grillage, et ensuite par la sublimation.

Le grillage, qui s'effectue sur des plaques de fonte, a pour but d'éliminer une partie des matières étrangères, et de rendre l'autre partie inoffensive.

Les composés goudronneux les plus volatils et l'eau sont éliminés, tandis que les autres sont carbonisés; le sulfate et l'hyposulfite d'ammoniaque, que renferme toujours le sel ammoniac brut, sont également détruits.

Si l'ouvrier conduit cette opération avec précaution, en brassant constamment la masse, il arrive sans perte sensible de sel ammoniac, à éliminer ou à décomposer toutes les matières nuisibles.

Le produit grisâtre ainsi obtenu est soumis à la sublimation, il donne le sel ammoniac en masse blanche, fibreuse, d'une grande pureté; cette opération se pratique comme nous l'indiquons chapitre V, § II, 5°.

M. Kuentz a proposé de fabriquer le chlorhydrate d'ammoniaque dans les usines à gaz, en traitant directement les eaux ammoniacales brutes par le perchlorure de fer impur, qu'on peut fabriquer très économiquement au moyen des schistes pyriteux et du sel marin. On obtient ainsi une dissolution faible de chlorhydrate d'ammoniaque, tandis qu'il se précipite de l'oxyde de fer mêlé d'une faible quantité de sulfure, qui peut servir à charger les caisses d'épuration du gaz. On opère de la façon suivante : Les eaux ammoniacales à traiter contenues dans un bac, sont additionnées du réactif, jusqu'à ce qu'il ne se

1. 100 parties d'eau dissolvent les quantités ci-dessous indiquées, de chlorhydrate d'ammoniaque, aux diverses températures de 5 à 110°.

TEMPÉRATURES	QUANTITÉ de AzH <sup>3</sup> Cl dissoutes
5	28,40
10	32,84
20	37,28
30	41,72
40	46,16
50	50,60
60	55,04
70	59,48
80	63,92
90	68,36
100	72,80
110	77,24

produise plus de précipité ; on agite le mélange, et on le fait écouler sur un filtre en toile.

Le liquide clair qui s'écoule est envoyé directement dans la chaudière de concentration, qui peut être chauffée par les chaleurs perdues des fours.

Le dépôt recueilli dans le filtre, étant mélangé avec de la sciure de bois pour le diviser, et séché à l'air, sert pour charger les épurateurs. Il constitue une matière épurante très active.

L'emploi du chlorure de fer, permet de transformer d'une façon complète les sels ammoniacaux des eaux du gaz, en chlorhydrate d'ammoniaque, sans produire de dégagements gazeux odorants.

Il permet de tirer partie des eaux du gaz, en employant un matériel très simple, et d'une faible valeur.

Il y a lieu de rappeler ici que M. Mallet a appliqué, pour la première fois en France, un procédé d'épuration du gaz de l'éclairage, au moyen des muriates, résidus de la proportion du chlore, qui donnait directement un précipité de carbonate, de sulfure de manganèse et de sulfure de fer, ainsi qu'une liqueur de chlorhydrate d'ammoniaque.

Depuis quelques temps, on fabrique, comme nous l'avons vu, avec les eaux du gaz et avec les eaux vannes, un produit désigné sous le nom d'eau ammoniacale concentrée, qui renferme de 14 à 18 pour 100 d'ammoniaque à l'état de carbonate. Ce produit permet d'obtenir facilement l'alcali volatil, et tous les sels ammoniacaux, notamment le chlorhydrate. On doit dans ce cas opérer comme avec les liqueurs obtenues dans l'appareil Margueritte.

M. Kuentz a proposé, afin de réduire le dégagement gazeux pendant la saturation de ces eaux, de les traiter de préférence à froid par une dissolution de chlorure de calcium jusqu'à précipitation complète de la chaux.

Le mélange passé au filtre-pressé, donne une dissolution claire de chlorhydrate d'ammoniaque, tandis qu'il reste des tourteaux de carbonate de chaux impur. La liqueur, légèrement acidifiée par l'acide chlorhydrique, est soumise ensuite à l'évaporation.

Ce procédé semble en outre devoir être économique, en raison de la valeur presque nulle aujourd'hui du chlorure de calcium, qu'on peut se procurer dans les fabriques de soude, par le procédé dit à l'ammoniaque.

Les dissolutions de sel ammoniac sont toujours évaporées dans des chaudières métalliques, soit à feu direct, comme en Angleterre, soit mieux, et plus généralement, au moyen de la vapeur. Pendant l'évaporation, les chaudières et les serpentins sont attaqués, et les sels métalliques ainsi formés viennent souiller le sel ammoniac. Si on opère dans des chaudières en fonte, il se produit du chlorure double de fer et d'ammonium, qui est nuisible lorsque le sel ammoniac qu'on prépare doit être sublimé, car ce produit, qui est volatil, colore les pains de sel obtenus.

On évite facilement cet inconvénient, en évaporant dans des appareils en plomb ; on peut aussi mélanger le sel brut ferrugineux à sublimer avec du phosphate acide de chaux, en proportion variable selon son degré de pureté. Il se forme ainsi du phosphate de fer qui est fixe, et le sel ammoniac sublimé est exempt de fer.

Depuis un certain nombre d'années, on emploie une quantité relativement importante de chlorhydrate d'ammoniaque cristallisé, pour alimenter les piles Leclanché, usitées aujourd'hui par les lignes télégraphiques de l'État, et par un grand nombre de compagnies de chemins de fer.

Pour cette application, le sel ammoniac cristallisé doit être exempt de plomb, qui serait très nuisible au fonctionnement des piles. Lorsqu'on veut avoir du sel ammoniac exempt de métaux, il faut le purifier au moyen du sulfhydrate d'ammoniaque, et filtrer la liqueur avant de l'abandonner à la cristallisation.

5° *Par les eaux provenant de la distillation sèche des matières animales.* — M. Laming a proposé dans le traitement des liquides provenant de la calcination des os, l'emploi d'huiles grasses susceptibles d'enlever les matières empyreumatiques. La liqueur purifiée peut ensuite être traitée par le chlorure de calcium, et donner du sel ammoniac relativement très pur.

M. J.-B. Divis a imaginé un procédé qui permet, avec les liquides des usines à noir animal, de fabriquer directement du sel ammoniac suffisamment pur, pour qu'il soit inutile de le sublimer.

Les eaux de condensation sont versées dans des fûts, et abandonnées au repos pendant 2 ou 3 jours pour permettre aux produits goudronneux de se rassembler à la surface, et d'être séparés avec une cuiller.

Le liquide dégoudronné est chauffé légèrement, et additionné d'une dissolution concentrée de chlorure de calcium, en quantité juste suffisante pour qu'il n'y ait pas effervescence par addition d'acide chlorhydrique, tout en n'employant pas un excès de chlorure.

Le précipité volumineux de carbonate de chaux qui se forme entraîne les impuretés, de telle sorte qu'après repos, on peut siphonner une solution assez pure de chlorhydrate d'ammoniaque.

Le précipité rassemblé au fond du vase étant pressé, constitue un bon engrais.

La solution claire est légèrement jaunâtre; elle est portée à l'ébullition, écumée, et filtrée à chaud.

Le filtre dont on fait usage, est une cuve en bois de 1<sup>m</sup>,25 à 1<sup>m</sup>,50 de hauteur, et de 0<sup>m</sup>,45 à 0<sup>m</sup>,60 de diamètre.

Cette cuve porte un faux fond qu'on recouvre de paille, et d'un mélange de charbon de bois en grains fins, de coke et de charbon de bois ayant déjà servi.

Ce filtre peut servir pendant 5 ou 6 jours; on le revivifie en le lavant à plusieurs reprises avec de l'eau bouillante.

L'évaporation de la liqueur filtrée se fait dans une chaudière peu profonde, qui porte généralement un couvercle muni d'un large tuyau, en rapport avec une cheminée de tirage, afin d'entraîner au dehors les vapeurs odorantes qui se dégagent.

La liqueur se concentrant, dépose bientôt des cristaux grenus, qui sont maintenus en mouvement par l'ébullition.

On remplace l'eau qui s'évapore par de la liqueur à concentrer, de façon à maintenir dans la chaudière un niveau à peu constant.

Lorsqu'il s'est formé une couche de sel de 7 à 8 centimètres d'épaisseur, et que la surface du liquide se recouvre d'une croûte saline, on arrête l'opération. La masse est alors transportée dans des formes semblables à celles qui servent pour le raffinage du sucre, et brassée énergiquement afin de déterminer la formation de grains fins.

Lorsque la matière est cristallisée par le refroidissement, on débouche la pointe des formes, et on met celles-ci à égoutter, après avoir introduit une alène dans la masse cristallisée, pour faciliter les départs de l'eau mère.

Lorsque l'égouttage est terminé, on purifie le sel par une série de clairçages avec des dissolutions de plus en plus pures de sel ammoniac.

Pour le premier clairçage on enlève, sur 25 à 50 millimètres d'épaisseur, la croûte supérieure des pains qui, traitée par l'eau donne la dissolution saturée, qui est ensuite versée sur les pains de sel.

Le second et le troisième clairçage sont faits avec la dissolution obtenue au moyen du sel blanc.

On opère toujours avec des dissolutions saturées, afin de ne pas dissoudre le sel contenu dans les formes.

Les pains humides, bien blanchis par les clairçages successifs, sont sortis des formes et placés dans un atelier sec aéré, où on les brise avec un pilon en bois, pour hâter la dessiccation du sel.

Les eaux mères écoulées des pains, et les eaux du premier clairçage sont portées à l'ébullition, et concentrées comme les liqueurs brutes.

Quant aux eaux plus pures du second clairçage, elles servent à effectuer le premier clairçage d'une nouvelle série de pains.

Le sel ammoniac ainsi fabriqué est d'une très grande pureté; il est exempt de chaux et de fer, et il ne présente qu'une très légère odeur empyreumatique.

*4<sup>e</sup> Par le sulfate d'ammoniaque.* — Dès l'origine de la fabrication du sel ammoniac en 1795, on a fabriqué chez Payen, à Grenelle, du sulfate de soude en décomposant le sel marin par une dissolution chaude de sulfate d'ammoniaque à 21° Baumé; le sulfate se précipitait le premier, et on obtenait en même temps du chlorhydrate d'ammoniaque en dissolution.

Cette liqueur évaporée permettait d'obtenir le produit cristallisé, qu'on séchait, et qu'on purifiait par sublimation.

Ce procédé de fabrication du sulfate de soude a fait place depuis longtemps à d'autres procédés plus économiques. Cependant, en Angleterre, cette réaction a été utilisée depuis, pour la fabrication d'une certaine quantité de chlorhydrate d'ammoniaque au moyen des eaux du gaz. On opère de la façon suivante :

Les eaux du gaz sont enrichies par distillation et saturées par l'acide sulfurique à 55° des chambres. La dissolution de sulfate d'ammoniaque ainsi obtenue est additionnée de la quantité de chlorure de sodium correspondant exactement à sa richesse.

Le mélange étant chauffé, il se forme bientôt du sulfate de soude, et du chlorhydrate d'ammoniaque qui restent en dissolution; mais le premier de ces sels étant de beaucoup le moins soluble, ne tarde pas à se déposer en cristaux, au fur et à mesure de l'évaporation. On l'enlève avec des dragues, et on le fait

égoutter dans une trémie en bois, puis on le lave pour enlever le sel ammoniac qu'il entraîne.

Lorsque le liquide commence à se recouvrir de pellicules salines, on arrête la concentration, on laisse reposer pour permettre aux petits cristaux de sulfate de se rassembler au fond de la chaudière, et on fait écouler le liquide dans des cristalliseurs en bois doublés de plomb.

Après refroidissement, l'eau mère est égouttée et le sel obtenu est séché, pour être ensuite sublimé; ou bien on le purifie par cristallisation.

5° *Sublimation; procédé anglais et procédé ancien.* — Le sel ammoniac fabriqué par l'un des procédés que nous venons d'examiner, peut être facilement purifié par sublimation.

Obtenu d'abord en Égypte, et dans certaines contrées de l'Asie, le sel ammoniac sublimé a été expédié en Europe dès le septième siècle, sous forme de pains à cassure fibreuse, plus ou moins teintés par des matières empyreumatiques. On fabrique aujourd'hui ce produit, soit sous forme de pains blancs ou gris, soit sous forme de croûtes épaisses blanches, translucides et fibreuses, de 0<sup>m</sup>,10 à 0<sup>m</sup>,15 d'épaisseur.

La fabrication ancienne qui ne permet d'obtenir que des pains de petites dimensions, est encore exclusivement suivie en France; elle donne un produit imitant celui qu'on tirait autrefois de l'Égypte, et qui est toujours demandé par le commerce.

Le sel ammoniac bien desséché, étant chauffé dans un vase se vaporise peu à peu, et ses vapeurs se condensent sur les parties moins chaudes de l'appareil, en formant une couche blanche, translucide, plus ou moins épaisse.

Pour assurer le succès de l'opération, il est essentiel que la température soit maintenue constante, et qu'elle soit juste suffisante pour que la sublimation s'effectue lentement. Si l'opération marche trop vite, on est exposé à perdre une proportion notable de matières, et le sublimé ne présente pas une densité convenable; si la température est trop élevée, le produit est souillé par une petite quantité de produits empyreumatiques, provenant de matières goudroneuses que la torréfaction n'a pas détruites.

En Angleterre la sublimation du sel ammoniac provenant des eaux du gaz se fait dans de grandes chaudières hémisphériques en fonte, garnies intérieurement de briques réfractaires, pour modérer l'action directe des flammes du foyer. Chacune des chaudières est chauffée par un foyer spécial, et reçoit un couvercle en fonte qu'on peut fixer par des clavettes en fer, de façon à obtenir un joint étanche, capable de résister à la pression qui se développe dans l'appareil, pendant la sublimation.

C'est sous ce couvercle que se dépose le produit sublimé, formant une couche de 10 à 15 centimètres d'épaisseur. Le diamètre des chaudières est variable, selon l'importance de la fabrication, depuis 1 mètre jusqu'à trois, ce qui permet de charger de 1000 à 9000 kilogrammes de sel à la fois dans chacune d'elles.

Chaque couvercle porte des anneaux, auxquels est fixée une chaîne passant sur une poulie attachée à la charpente de l'atelier, et qui supporte un contre-poids. Cette disposition permet de soulever facilement les couvercles.

Lorsqu'une chaudière est chargée et munie de son couvercle, on la chauffe rapidement, de façon à atteindre la température à laquelle la sublimation doit s'effectuer. Un orifice de petit diamètre, ménagé dans le couvercle, permet à l'air, et à la petite quantité de gaz et de vapeur d'eau qui se forment, de se dégager. Lorsque les vapeurs de sel ammoniac apparaissent, on ferme cet orifice avec une cheville en fer.

On conduit l'opération de façon que la sublimation soit lente et uniforme. Quant la marche de l'opération est convenable, le couvercle est à une température telle que quelques gouttes d'eau qu'on y projette entrent rapidement en vapeur, mais ne prennent pas l'état sphéroïdal. Pour éviter un refroidissement trop énergique des couvercles, on les recouvre de sable ou d'escarbilles.

On ne prolonge pas l'opération jusqu'à ce que toute la charge de sel soit sublimée, car les dernières portions trop impures, souilleraient le produit. On laisse une certaine quantité de sel, sur lequel on fait une nouvelle charge. On opère ainsi, jusqu'à ce que les impuretés accumulées soit assez abondantes pour gêner le travail; on les enlève alors, pour les soumettre au lessivage. Les liqueurs qu'on obtient sont mélangées avec les eaux à concentrer.

La durée d'une opération est d'environ une semaine pour les grandes chaudières. L'appareil étant suffisamment refroidi, on défait les clavettes du joint, on enlève le couvercle, sur la surface intérieure duquel se trouve une couche de sel ammoniac de 5 à 15 centimètres d'épaisseur, qu'on détache et qu'on brise pour l'embariller aussitôt.

Les portions du produit sublimé, qui ont été directement en contact avec la fonte, présentent souvent une coloration jaunâtre, due soit à des matières empyreumatiques, soit à de l'oxyde de fer. On peut enlever par grattage ces parties impures, et les remettre dans une opération suivante.

En France, la sublimation est faite exclusivement dans des pots en grès de 0<sup>m</sup>,50 de hauteur environ et de 0<sup>m</sup>,50 à 0<sup>m</sup>,35 de diamètre, permettant d'obtenir des pains de petites dimensions, soit blancs, soit gris, imitant alors complètement le produit qu'on tirait autrefois de l'Égypte.

La figure 28 représente, en élévation et en coupes, l'ensemble de l'installation. Les pots en grès P, P, au nombre d'une vingtaine, sont disposés dans un carneau, sur la voûte d'un fourneau de galère, et forment deux rangées. Dans cette voûte sont ménagées de petites ouvertures O, O, permettant aux flammes et aux gaz du foyer de pénétrer dans le carneau, et de circuler autour des pots. La partie supérieure de ce carneau est formée par une plaque en fonte, F, F, dans les trous de laquelle les pots se trouvent engagés, de façon à n'être chauffés que sur  $\frac{2}{3}$  environ de leur hauteur. Sur cette plaque on dispose une couche de sable, qu'on peut relever à volonté au-dessus des pots.

On procède de la façon suivante avec cet appareil :

Les pots, préalablement enduits d'un lut argileux, sont mis à sécher dans l'atelier de sublimation; on les charge ensuite de sel ammoniac cristallisé aussi sec que possible, on les dispose dans le fourneau, et on les recouvre de sable. On chauffe alors doucement, de façon à éviter les ruptures par une élévation trop brusque de température. L'eau, que renferme toujours le sel à sublimer,

se dégage en vapeur par les orifices S, S, et bientôt apparaissent les vapeurs blanches épaisses du sel ammoniac; on place alors un pot à fleurs ordinaire P, au-dessus de chaque pot de sublimation, afin de les condenser.

L'opération se continue comme dans les appareils de grandes dimensions,

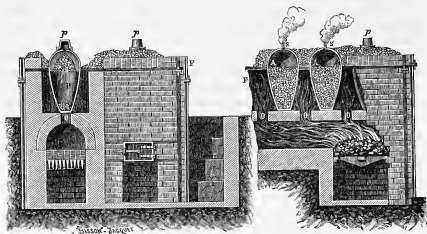


Fig. 28. — Fourneau pour la sublimation du sel ammoniac dans les pots.

usités en Angleterre, et le sel volatilisé se dépose peu à peu en AA, à la partie supérieure relativement foide des pots, tandis que les vapeurs en excès se dégagent par le trou de chargement, et se condensent dans les pots à fleurs. Les orifices des vases se bouchent peu à peu par le sel ammoniac, et vers la fin de la sublimation, comme on doit donner un coup de feu, pour que le produit condensé prenne de la cohésion et l'aspect translucide exigé par le commerce, il enrésulte une certaine pression dans les appareils.

Pour obtenir des pains sublimés d'un poids suffisant, on doit recharger plusieurs fois les pots. A cet effet, on débouche les orifices au moyen d'une mèche et d'un vilebrequin, puis on procède comme pour la première charge.

Après deux ou trois charges, selon la nature du sel employé, les pains ont acquis tout leur développement possible; on arrête alors l'opération, on enlève les pots quand ils sont suffisamment refroidis, et on les brise pour en retirer les pains de sel ammoniac qui sont parfaitement blancs et très purs, si on a opéré avec du chlorhydrate exempt de produits empyreumatiques et de fer.

Il faut environ deux jours pour faire une opération complète.

Lorsqu'on désire obtenir du sel ammoniac gris, rappelant autant que possible le produit ancien, que certaines industries continuent à préférer au produit blanc, il faut, pendant la sublimation, introduire de temps en temps dans les pots de petites quantités de matières grasses, qui se décomposent, et dont les produits pyrogénés, mélangés aux vapeurs de sel ammoniac, colorent le sublimé en gris plus ou moins foncé et par couches concentriques d'inégale épaisseur.



Les pains de sel ammoniac obtenus dans les pots sont préférés au sel anglais ; le sel blanc fabriqué ainsi est en effet plus pur, et ne contient pas de fer si le sel employé n'était pas ferrugineux.

Dans quelques usines, on remplace les pots en grès par des ballons en verre, qui sont moins coûteux dans certaines localités.

La sublimation du sel ammoniac, surtout dans les pots, est une opération coûteuse ; aussi, le prix du sel sublimé est-il environ le double de celui du sel cristallisé.

On a essayé il y a quelques années, à la compagnie Lesage, de fabriquer, pour remplacer le sel sublimé, un produit comprimé, ayant la forme de disques de 0<sup>m</sup>,025 d'épaisseur et de 0<sup>m</sup>,10 de diamètre.

Ce produit, très compacte, beaucoup plus économique que le produit sublimé, était obtenu en soumettant à une très forte compression du chlorhydrate d'ammoniaque en petits cristaux, obtenu comme nous l'avons indiqué.

On a rencontré des difficultés à faire adopter ce produit par les consommateurs, et sa fabrication n'a pu être continuée.

### § III. — PHOSPHATES D'AMMONIAQUE.

L'acide phosphorique  $\text{PhO}^5\text{3HO}$  forme avec l'ammoniaque trois combinaisons :

1° Le phosphate saturé, normal, ou sous-phosphate  $\text{PhO}^5, 3\text{AzH}^3\text{O}$  ;

2° Le phosphate intermédiaire  $\text{PhO}^5, \text{HO}, 2\text{AzH}^3\text{O}$  ;

3° Enfin le phosphate acide, biphosphate, ou phosphate monoammonique  $\text{PhO}^6, 2\text{HO}, \text{AzH}^3\text{O}$ .

Le premier de ces sels ne se fabrique pas dans l'industrie ; les deux autres au contraire, et surtout le phosphate intermédiaire, donnent lieu à une fabrication suivie, que nous allons examiner.

Il y a longtemps déjà que le phosphate acide ou biphosphate est préparé dans l'industrie ; mais le phosphate  $\text{PhO}^5\text{HO}, 2\text{AzH}^3\text{O}$ , n'était encore jusqu'en 1871 qu'un produit de laboratoire. A cette époque M. Lagrange, ayant utilisé ce sel à l'épuration des liquides sucrés, fut conduit à le préparer en quantités relativement considérables. Bientôt l'usine d'Asnières entreprit cette fabrication nouvelle, sous la direction de M. Storck, et put livrer à l'industrie ce produit dans un état de pureté parfaite.

On obtient facilement le phosphate acide d'ammoniaque, en traitant le phosphate acide de chaux par une dissolution d'ammoniaque jusqu'à neutralisation, puis évaporant la dissolution filtrée, et l'abandonnant ensuite à la cristallisation.

Le phosphate intermédiaire, s'obtient en traitant par l'ammoniaque, la dissolution concentrée du phosphate précédent.

Nous empruntons au mémoire de M. Lagrange les documents relatifs à la fabrication de ces deux produits.

Le phosphate acide de chaux s'obtient en traitant l'apatite, ou la phosphorite, par l'acide sulfurique ; ce traitement est très simple. Le minéral préalable-

ment réduit en poudre fine est introduit, par une trémie, dans un cylindre mélangeur en fonte, muni d'un agitateur à palettes, dans lequel on fait arriver en même temps la quantité d'acide sulfurique nécessaire à la transformation. Les vapeurs qui se dégagent, et qui sont riches en acide fluorhydrique, sont envoyées dans une cheminée, pour être évacuées au dehors. On emploie poids égaux d'apatite et d'acide sulfurique à 66°. Le mélange, bien brassé par les palettes de l'agitateur, s'échauffe considérablement par suite des réactions, qu'on laisse ensuite s'achever pendant six heures.

La masse pâteuse obtenue est composée de sulfate de chaux, d'acide phosphorique libre, de phosphate acide de chaux, et d'acide sulfurique en excès. On l'épuise alors méthodiquement par l'eau.

Le lessivage de la masse peut s'effectuer dans quatre cuves d'égale capacité, munies chacune d'un barboteur de vapeur.

Dans la première on met le quart du produit à traiter ; on ajoute une quantité d'eau suffisante pour rendre la masse fluide, et on porte à l'ébullition à l'aide d'un jet de vapeur.

On filtre alors le mélange, dans des mannes en osier recouvertes de toiles, pour séparer la partie insoluble ; et les liqueurs sont reçues dans la seconde cuve, où elles servent à délayer un autre quart de la matière à lessiver. On fait bouillir, on filtre comme précédemment, et la liqueur obtenue est reçue dans la troisième cuve, où elle est mélangée avec le troisième quart.

Enfin la liqueur provenant de ce troisième traitement, est reçue dans la quatrième cuve, et mélangée au dernier quart de matière à traiter. On obtient alors des liqueurs à 25° Baumé qu'on saturera par l'ammoniaque, après épuration.

Le résidu de l'épuisement est traité par l'eau bouillante de façon à donner des liqueurs à 5° Baumé environ, qui servent dans une opération suivante.

On soumet à la presse le dépôt lavé, afin d'en extraire les dernières quantités de liquide, et les tourteaux obtenus, constitués presque uniquement de sulfate de chaux, sont rejetés.

Les liqueurs à 25° B. renferment de l'acide phosphorique libre, du phosphate acide de chaux, du sulfate de chaux, et un peu d'acide sulfurique. On doit les traiter en vue d'éliminer l'acide sulfurique et la chaux.

Par addition de carbonate de baryte, l'acide sulfurique total se précipite à l'état de sulfate de baryte, tandis que la chaux reste dissoute par l'acide phosphorique.

On doit avoir le soin de mettre un léger excès de carbonate de baryte, qui reste à l'état de phosphate acide soluble, afin d'être assuré d'éliminer complètement l'acide sulfurique. Le sulfate de baryte recueilli étant lavé, peut servir à fabriquer la baryte.

Les liqueurs claires, ne renfermant plus que de l'acide phosphorique et du phosphate acide de chaux, sont neutralisées par l'ammoniaque en léger excès.

Toute la chaux se précipite alors, à l'état de phosphate insoluble qui, après lavage, est remis dans l'appareil d'attaque, avec du phosphate naturel.

La liqueur filtrée est une dissolution de phosphate d'ammoniaque  $\text{PhO}^3\text{AzH}^4\text{O}, 2\text{HO}$ , qu'il s'agit de transformer en phosphate bibasique. Si on

a opéré comme il vient d'être indiqué, cette liqueur marque environ 20° B. Cette concentration est nécessaire, pour permettre de précipiter en masse le phosphate bibasique. On effectue la précipitation, en versant dans de petits cristallisoirs la liqueur à 20° et de l'ammoniaque à 22°, de façon à avoir 1 équivalent 1/2 d'alcali, pour 1 de phosphate d'ammoniaque.

Le phosphate bibasique se précipite, au fur et à mesure du mélange des deux produits, en une masse cristalline.

Les cristallisoirs doivent être fermés, pour éviter le dégagement d'ammoniaque, qui tend d'autant plus à se produire que la température du mélange s'élève, par suite de la réaction.

Après refroidissement on retourne les cristallisoirs, pour en sortir les pains de phosphate, qu'on soumet à l'action de la presse hydraulique.

Les liqueurs ammoniacales qui s'écoulent, soumises à la distillation, permettent de récupérer l'ammoniaque qui rentre dans la fabrication.

Les tourteaux obtenus sont formés par du phosphate d'ammoniaque bibasique pur,  $\text{PhO}^{\text{H}}\text{O}, 2\text{AzH}^{\text{O}}$ , qui est livré aux fabricants et aux raffineurs de sucre, pour l'épuration avec le concours de la baryte, des liquides sucrés, selon le procédé de M. Lagrange.

#### § IV. — CARBONATES D'AMMONIAQUE.

1° *Généralités.* — Il existe trois carbonates d'ammoniaque : le sel neutre, le sel acide et le sesquicarbonate, formé par la combinaison des deux sels précédents.

On n'a pas isolé le carbonate neutre, en raison de la facilité avec laquelle il se dédouble en ammoniaque et en sesquicarbonate, ou en bicarbonate.

Le carbonate neutre n'est connu qu'en solution alcoolique ou aqueuse. Les cristaux prismatiques, que laisse déposer une solution alcoolique de sesquicarbonate saturée d'ammoniaque, sont du sesquicarbonate.

Le bicarbonate, ou carbonate acide, s'obtient en saturant par l'acide carbonique une solution aqueuse de sesquicarbonate ou d'ammoniaque.

Lorsqu'on traite le sesquicarbonate d'ammoniaque du commence par très peu d'eau, ou mieux par de l'alcool, il abandonne du carbonate neutre, tandis que du bicarbonate, qui est insoluble dans l'alcool, reste comme résidu.

Par l'exposition à l'air, le bicarbonate se volatilise peu à peu en devenant opaque, et en répandant une odeur ammoniacale. Ce sel cristallise dans l'eau, en larges primes orthorhombiques.

Le sel acide se forme peu à peu, lorsqu'on abandonne le sesquicarbonate à lui-même.

On rencontre dans les dépôts de guano du Pérou, du Chili, et de la côte occidentale de la Patagonie du bicarbonate d'ammoniaque (ammoniaque bicarbonatée des minéralogistes), en masses cristallines d'un blanc jaunâtre, de 1,45 de densité.

C'est en 1848 qu'on l'a importé, pour la première fois, en Allemagne comme produit commercial.

2° *Sesquicarbonate; sa préparation au moyen des matières animales.* — Le sesquicarbonate s'obtient en dissolvant le carbonate d'ammoniaque du commerce, dans l'ammoniaque caustique; au bout de peu de temps, la solution laisse déposer de gros prismes orthorhombiques qui s'altèrent à l'air, deviennent opaques, en se changeant en bicarbonate.

Le carbonate d'ammoniaque du commerce, ou *sel volatil d'Angleterre*, est surtout formé de sesquicarbonate.

Lorsqu'on soumet à la distillation sèche les matières animales, les os, la corne, les rognures de cuirs, la chair des animaux, la substance organique se décompose, en donnant du carbonate d'ammoniaque mélangé d'un peu de sulfhydrate, de l'eau, et des produits huileux complexes, riches en bases pyridiques.

La quantité de carbonate d'ammoniaque obtenue ainsi varie avec la nature et la qualité des matières brutes traitées, avec la conduite de la distillation, enfin avec la température à laquelle on a opéré, et avec la perfection de la condensation.

Le carbonate d'ammoniaque, qui est le produit principal de l'opération, se dépose en partie à l'état solide dans les réfrigérants, si les matières employées étaient sèches, et si on n'a pas ajouté d'eau pour faciliter la condensation.

Le sel ainsi déposé, qui se présente sous la forme de croûtes de couleur jaunâtre plus ou moins foncée, était désigné autrefois sous le nom de *sel de corne de cerf*; il est souillé par des produits huileux et goudronneux. On obtient en même temps un liquide aqueux, saturé de carbonate d'ammoniaque, qui était connu autrefois sous le nom d'*esprit de corne de cerf*.

La purification de ces produits est longue et difficile. La seule méthode applicable est la sublimation : mais elle ne fournit qu'un produit souillé par des traces de matières empyreumatiques, qui est connu en pharmacie sous le nom d'*ammonium carbonicum pyro-oleum*.

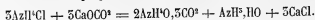
On parvient à dépouiller complètement ce produit de ses impuretés en le mélangeant avec du noir animal, et en le sublimant de nouveau.

Il est alors blanc, translucide, fibreux; il présente une odeur ammoniacale et possède une saveur caustique.

Ces opérations étant coûteuses, on préfère utiliser le carbonate d'ammoniaque impur, comme nous l'avons vu chapitre III, à la fabrication du sulfate d'ammoniaque, et préparer directement le carbonate pur.

3° *Procédé direct de préparation.* — On prépare généralement le carbonate d'ammoniaque, en décomposant le chlorhydrate ou le sulfate d'ammoniaque par le double de son poids de craie en poudre. On obtient ainsi, comme résidu fixe, du chlorure ou du sulfate de calcium, et il se dégage de l'eau, de l'ammoniaque, et du sesquicarbonate d'ammoniaque, qu'on fait condenser.

L'équation suivante explique cette réaction :



On chauffe progressivement jusqu'au rouge naissant le mélange contenu dans une chaudière, ou dans une cornue en fonte, reliée à un récipient en plomb refroidi par un courant d'eau, où s'effectue la condensation du carbonate.

On obtient ainsi un produit blanc, si on a ajouté du charbon de bois en poudre au mélange.

*4° Procédé anglais.* — En Angleterre on fabrique le carbonate d'ammoniaque au moyen du chlorhydrate brut impur, obtenu par la saturation directe des eaux du gaz, au moyen de l'acide chlorhydrique. Le sel cristallisé ainsi obtenu est séché et distillé avec le double de son poids de craie; cette distillation s'effectue dans des cornues horizontales en fonte, de 2 mètres de longueur et 0<sup>m</sup>,50 de largeur, disposées par batteries de 3 ou de 5 dans un même fourneau, chauffé par un foyer.

Ces cornues, semblables à celles qui servent pour la fabrication du gaz de l'éclairage, sont reliées, par de larges tuyaux en fonte, avec deux petites chambres en plomb, disposées à la suite l'une de l'autre et ayant 2 mètres de haut, 2<sup>m</sup>,50 de long et 0<sup>m</sup>,75 de large, qui servent de condenseur pour le carbonate d'ammoniaque.

Chacune de ces chambres a une paroi mobile, qui permet d'enlever facilement le sel condensé; en outre un petit ajutage, disposé sur la paroi extrême, fonctionne comme tube de sûreté, et laisse dégager constamment une petite quantité de vapeur, en même temps qu'une solution de carbonate s'écoule goutte à goutte, et est recueillie pour être remise en chargement.

Pour que l'appareil fonctionne d'une façon aussi régulière que possible, il faut alterner les charges des cornues.

Il est indispensable également que les matières employées soient bien desséchées et que, pendant toute la durée des opérations, le mélange soit brassé avec un ringard passant par une ouverture juste suffisante, ménagée dans le tampon de chaque cornue.

Le carbonate d'ammoniaque commençant déjà à se sublimer vers 50°, il faut que le feu soit conduit avec beaucoup de précautions et de régularité.

Lorsqu'une charge est épuisée, on ouvre la cornue pour faire sortir le résidu qu'elle contient, et on y introduit aussitôt une nouvelle charge.

On continue la sublimation dans les chambres pendant 14 ou 15 jours, avant d'enlever le sel condensé.

La marche de la condensation est observée facilement au moyen de tampons, disposés de distance en distance sur les parois des chambres.

Le carbonate condensé forme des croûtes plus ou moins épaisses, renfermant des sels de chaux entraînés par le courant gazeux, et des traces de produits empyreumatiques, qui colorent en nuances plus ou moins foncées, les diverses couches salines.

Ce produit, doit être purifié par une nouvelle sublimation, conduite très lentement.

*5° Sublimation du carbonate brut.* — Le carbonate brut est introduit dans des marmites en fonte, chauffées par les gaz du foyer qui chauffe les cornues.

Ces marmites sont recouvertes de dômes en feuilles de plomb agrafées, ayant 0<sup>m</sup>,55 de diamètre, 0<sup>m</sup>,75 de hauteur, et fermées à la partie supérieure par une plaque lutée.

On remplace quelquefois les marmites en fonte par de grandes chaudières de 4 à 5 mètres de longueur, 0<sup>m</sup>,75 de largeur et 0<sup>m</sup>,75 de profondeur, recouvertes par des plaques en fonte hermétiquement lutées, et percées de 8 trous circulaires de 0<sup>m</sup>,35 de diamètre, sur lesquels on vient ajuster les dômes en plomb.

Pour faire une opération, on met dans la chaudière une certaine quantité d'eau, indiquée par l'expérience, puis on y ajoute le sel brut venant des chambres, et on ajuste les dômes en plomb. Lorsque tout est bien luté, on commence à chauffer lentement.

On suit la marche de la sublimation au moyen d'un thermomètre, qu'on introduit dans le dôme le plus éloigné du foyer, ce qui permet de juger s'il faut augmenter ou diminuer le chauffage.

L'opération se poursuit ainsi pendant 14 jours.

Au bout de cette période elle est terminée, et le carbonate d'ammoniaque déposé dans les dômes est blanc, translucide, et fibreux; on l'enlève facilement, en dégrafant les feuilles de plomb des dômes. On doit le gratter légèrement, pour enlever les quelques impuretés des surfaces en contact avec le métal, puis on casse le sel en morceaux, et on l'enferme dans des bonbonnes en grès bien bouchées.

Le liquide qui reste dans la chaudière reçoit une nouvelle charge de sel brut, et on recommence une nouvelle opération.

Le carbonate d'ammoniaque exposé à l'air abandonne de l'ammoniaque, en absorbant de l'eau; il se transforme alors à la surface en bicarbonate, qui forme une croûte de poussière cristalline blanche, qu'on peut facilement enlever à la brosse.

6° *Usages.* — Le carbonate d'ammoniaque pur est employé en thérapeutique; il sert également dans la préparation du pain d'épices et des pâtisseries, pour faire lever la pâte.

Nous avons vu que le carbonate d'ammoniaque des eaux vannes et des eaux provenant de la distillation des matières animales et de la houille, servait à la préparation des autres sels ammoniacaux.

Le carbonate d'ammoniaque sert, comme l'alcali volatil, à enlever les taches de graisse, et à développer la matière colorante des lichens.

Enfin c'est en faisant agir le bicarbonate d'ammoniaque sur une dissolution saturée de sel marin qu'on fabrique aujourd'hui le carbonate de soude sur une très grande échelle, en concurrence avec le procédé Leblanc.

## CHAPITRE VI

### RÉCUPÉRATION DE L'AMMONIAQUE DES EAUX RÉSIDUAIRES DE LA FABRICATION DE LA SOUDE, PAR LE PROCÉDÉ DIT « A L'AMMONIAQUE ».

#### § 1. — GÉNÉRALITÉS SUR LA FABRICATION DE LA SOUDE, INDIQUANT LA NATURE DES EAUX RÉSIDUAIRES.

La fabrication de la soude par l'ammoniaque est basée sur la réaction qui se produit entre deux solutions, suffisamment concentrées, de chlorure de sodium et de bicarbonate d'ammoniaque.

On obtient ainsi un précipité de bicarbonate de soude, et une solution de chlorhydrate d'ammoniaque, ainsi qu'en rend compte l'équation suivante :



En réalité la liqueur, qui après séparation du précipité de bicarbonate de soude, constitue l'eau mère de la préparation, a une composition beaucoup plus complexe ; elle contient en effet :

1° Le chlorhydrate d'ammoniaque, résultant de la double décomposition entre le chlorure de sodium et le bicarbonate d'ammoniaque ;

2° Une certaine proportion de carbonate d'ammoniaque, n'ayant pas la quantité voulue d'acide carbonique pour constituer un bicarbonate, et qui par suite n'a pas réagi sur le chlorure de sodium ;

3° Du bicarbonate de soude, provenant du précipité en partie soluble dans l'eau mère de la précipitation ;

4° Enfin la portion de chlorure de sodium qui n'est pas entrée en réaction ; l'eau mère contenant toujours à dessein un excès de ce produit.

Il y aurait deux graves inconvénients à opérer immédiatement sur ces liquides un traitement par la chaux, en vue de décomposer les sels ammoniacaux. On perdrait, d'abord, la chaux qui se combinerait avec l'acide carbonique du carbonate d'ammoniaque et du bicarbonate de soude ; en outre on n'utiliserait pas l'acide carbonique lui-même qu'on a le plus grand intérêt à recueillir, dans la fabrication de la soude, où il entre pour élément important.

Si, au contraire, on commence par soumettre à la distillation les eaux mères de la préparation du bicarbonate de soude, on recueillera : 1° l'acide carbonique et l'ammoniaque du carbonate d'ammoniaque ; 2° l'acide carbonique du

bicarbonate de soude, car à chaud, ce sel réagira sur le chlorhydrate d'ammoniaque, comme l'indique l'équation ci-dessous :



Les eaux mères renfermant environ 6 pour 100 de bicarbonate de soude, on voit qu'il y a ainsi une récupération importante d'acide carbonique.

Après cette ébullition, les eaux mères ne renfermant plus que du chlorhydrate d'ammoniaque et du chlorure de sodium, le traitement par la chaux devient rationnel, et permet de récupérer l'ammoniaque qu'elles contiennent.

L'ammoniaque libre et l'ammoniaque à l'état de carbonates, se rendent dans des appareils condenseurs renfermant de l'eau salée, où s'effectue leur dissolution. On obtient ainsi la saumure ammoniacale, qui sert à une nouvelle opération de préparation du bicarbonate de soude.

Les eaux résiduaires, ne contenant plus que du chlorure de calcium, du chlorure de sodium, de la chaux, et des impuretés, sont évacuées au dehors.

## § II. — APPAREILS DE MM. SCHLÖSING ET ROLLAND.

Cet appareil, réalisant les conditions que nous venons d'indiquer pour le traitement des eaux résiduaires ammoniacales, est représenté figure 29 ; il se compose de 5 parties bien distinctes :

1° Un distillateur pour l'élimination de l'acide carbonique, appelé *petit distillateur* n° 1 ;

2° Un distillateur pour l'élimination de l'acide carbonique et l'ammoniaque, appelé *petit distillateur* n° 2 ;

3° Un *appareil à chaux* n° 3, où se fait le traitement des liquides sortant des deux premiers organes ;

4° Le *grand distillateur*, où s'effectue la distillation finale et l'épuisement complet des liquides en ammoniaque ;

5° Le *condenseur réfrigérant*, non représenté sur le dessin, se compose simplement d'une double enveloppe cylindrique en tôle, refroidie constamment par un courant d'eau, et où se condense l'air de vapeur d'eau entraînée avec l'ammoniaque du grand distillateur. Le liquide fortement ammoniacal qui en résulte, retourne dans la colonne par le tuyau *t*.

Chacune des parties de l'appareil, est chauffée indépendamment par la vapeur introduite en  $V_1, V_2, V_3$ .

La vapeur et les gaz qui s'échappent de chacune d'elles, par les tubulures  $S_1, S_2, S_3$ , se rendent séparément dans un bac plein d'eau salée où ils se condensent, sauf toutefois les produits qui s'échappent de  $S_1$ , qui sont formés pour la plus grande partie par de l'acide carbonique qu'on recueille dans un gazomètre régulateur équilibré.

Les liquides entrent d'une façon continue dans l'appareil par le tuyau recourbé  $T_1$ . Ils pénètrent d'abord dans le petit distillateur 1, à 3 plateaux sur lesquels ils circulent, et descendent successivement par les trop-pleins *f* et *g* ;



les vapeurs circulent en sens inverse, et les cônes renversés *c, d, e*, les forcent à barboter dans les liquides.

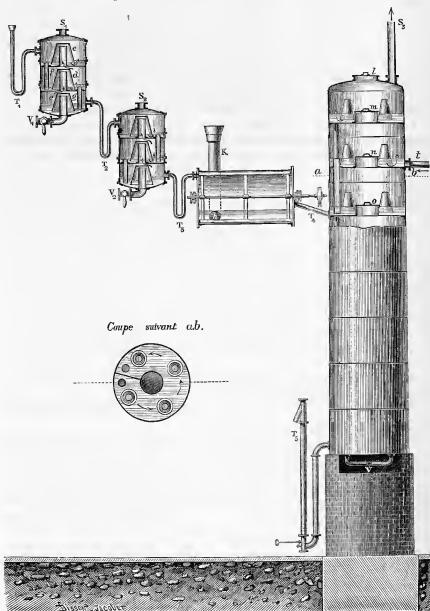


Fig. 29. — Appareil de MM. Schlösing et Rolland.

La quantité de vapeur de chauffe, est réglée de façon que la température dans le compartiment supérieur varie entre 50 et 60° centigrades. Dans ces

conditions il se dégage par  $S_1$ , de l'acide carbonique ne contenant que de faibles proportions d'ammoniaque.

Du petit distillateur 1, les liquides s'écoulent par le siphon  $T_2$ , dans le petit distillateur n° 2, identique au précédent; on règle la vapeur de chauffe, de façon à maintenir, dans tous les compartiments de ce second organe, les liquides à la température de l'ébullition.

Les produits qui arrivent au bas du second distillateur, ne contiennent plus sensiblement que du chlorhydrate d'ammoniaque; ils s'écoulent par le siphon  $T_3$  pour entrer dans l'appareil à chaux n° 3.

Ce dernier est un cylindre horizontal en tôle, renfermant un agitateur mécanique à mouvement lent. La chaux en pâte épaisse, introduite en K, est distribuée par une vis  $h$ , tournant dans un canal cylindrique horizontal, et dont la vitesse est réglée de manière à maintenir toujours un excès de chaux dans les liquides.

On prélève de temps en temps des échantillons, pour s'assurer que cette condition est remplie.

La pâte de chaux entassée dans la trémie K, forme obturateur suffisant pour empêcher toute perte d'ammoniaque.

Les liquides mélangés de chaux, sortent de 3 par  $T_4$  et entrent aussitôt dans le grand distillateur dont la figure donne la coupe horizontale.

Cet appareil est une colonne en tôle, renfermant 8 plateaux construits d'une façon spéciale, en vue du nettoyage.

En effet, la chaux qui se dépose peu à peu sur ces plateaux, finit par les obstruer complètement; il faut pouvoir les nettoyer au moins une fois toutes les semaines; à cet effet, un ouvrier peut pénétrer dans la colonne par l'orifice  $l$ , puis il peut enlever successivement chacun des tampons tels que  $m, n, o$ , etc., et pénétrer ainsi dans tous les compartiments.

Les liquides qui ont parcouru de haut en bas la colonne, sortent par le siphon  $T_5$ , après épuisement complet.

L'appareil que nous venons de décrire sommairement, remplit les conditions du problème, en ce sens qu'il sépare les deux opérations de la distillation simple et du traitement par la chaux, tout en ayant un fonctionnement continu; mais il présente cependant quelques complications. En effet, le réglage des trois introducteurs de vapeur  $V_1, V_2, V_3$ , doit être d'une grande difficulté; en outre le fractionnement opéré par les distillateurs n° 1 et n° 2 n'est pas indispensable. Il serait plus simple d'envoyer directement l'acide carbonique et l'ammoniaque formant le carbonate d'ammoniaque, simultanément dans l'eau salée.

De même l'introduction de la chaux en pâte dans des liquides bouillants, très riches en chlorhydrate d'ammoniaque, doit donner lieu à un brusque dégagement d'ammoniaque, produisant des secousses et des projections préjudiciables à la bonne marche de l'appareil. Cette difficulté a été reconnue de MM. Schlœsing et Rolland, qui indiquent d'arroser le cylindre à chaux au moyen d'eau froide, pour éviter cet inconvénient.

Les engorgements qui se produisent fréquemment dans le grand distillateur, constituent un grave inconvénient qui n'est pas évité par les tampons de nettoyage.

Enfin la tôle, qui est employée pour la construction des distillateurs n° 1 et n° 2, ne doit pas avoir une bien longue durée, en raison de l'action des liquides bouillants riches en chlorhydrate d'ammoniaque; la fonte serait certainement bien préférable.

### § III. — APPAREIL DE LA SOCIÉTÉ ANONYME DES PRODUITS CHIMIQUES DE L'EST.

La Société des produits chimiques de l'Est, qui possède une soudière, dans un faubourg de Nancy, vient de faire breveter un appareil qui résout plus simplement le même problème, tout en évitant complètement les inconvénients que nous venons de signaler.

Cet appareil, représenté figure 50, comprend dans son ensemble trois parties essentielles :

1° Les chaudières, distillatoires A et B en fonte, qui peuvent même être au nombre de 5, et dans lesquelles s'opère le départ de l'acide carbonique et des carbonates d'ammoniaque, de telle sorte que les liquides qui sortent de ces chaudières ne renferment plus l'ammoniaque qu'à l'état de chlorhydrate.

Ces trois chaudières peuvent être remplacées par une simple colonne distillatoire en fonte.

2° Les chaudières spéciales C et D, où s'opère le traitement par la chaux.

5° Le séparateur M avec son collecteur N.

Les chaudières C et D contiennent une série de pièces spéciales en fonte, qui sont des tores coniques, engendrés par un profil en forme de V ou d'U renversés, tournant autour d'un axe vertical. Ces pièces sont simplement empilées les unes au-dessus des autres sans aucun ajustage, et leurs bords inférieurs sont dentelés comme le montre la figure de détail n° 51.

La vapeur arrivant à la partie inférieure de l'appareil, par V et E, déplace le liquide dans tous ces tores coniques, et s'échappe par les échancrures, en produisant une série de barbotages successifs, analogues à ceux qui ont lieu dans les colonnes distillatoires à plateaux.

Il résulte de cette disposition, que la vapeur se trouve parfaitement répartie au moyen des échancrures, dans toute la masse du liquide; en outre les nombreuses surfaces libres produites par les tores coniques sont très favorables à la distillation.

On conçoit aisément qu'avec ce dispositif fort ingénieux il n'y ait plus à craindre les engorgements par la chaux et par les diverses impuretés; en effet, toutes les matières sont maintenues en suspension par la vapeur qui afflue de bas en haut dans toute la masse, et en outre, au moment de la vidange, elles glissent facilement le long des parois des tores coniques, inclinées à 60° sur l'horizontale.

Les inscrustations qui se forment dans ces appareils, et qui sont dues au sulfate de chaux que contient toujours l'eau salée, sont enlevées tous les deux ou trois mois.

Il suffit pour cela de démonter la partie supérieure des récipients C et D, de sortir les tores coniques qui reposent les uns sur les autres sans assemblages,

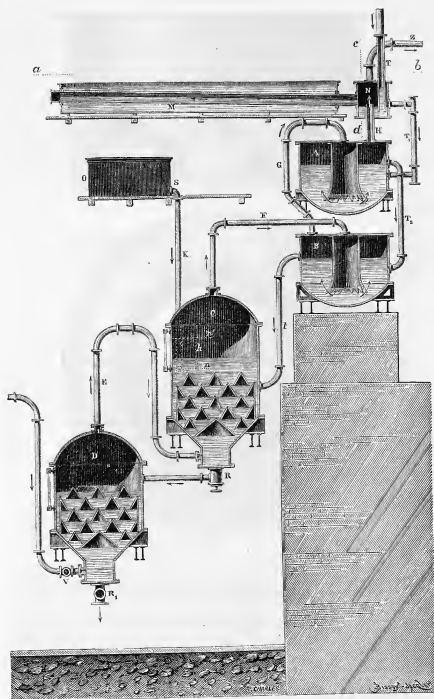


Fig. 30. — Appareil de la Société anonyme des produits chimiques de l'Est.

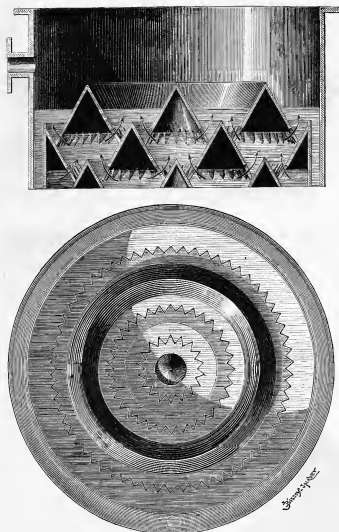


Fig. 51. — Détail des empilages contenus dans les chaudières C et D.

LÉGENDE DE LA FIGURE 50.

A, B. Chaudières distillatoires en fonte, dans lesquelles s'effectue le départ de l'acide carbonique et des carbonates d'ammoniaque. — C, D. Chaudière où s'opère le traitement par la chaux des liquides sortant de A et de B. — E. Tuyau conduisant les vapeurs de D dans C. — F. Tuyau conduisant les vapeurs de C dans B. — G. Tuyau conduisant les vapeurs de B dans A. — H. Tuyau conduisant les vapeurs de A dans le premier compartiment des collecteurs N. — K. Arrivée du lait de chaux, contenu dans le bac O. — M. Séparateur, permettant de condenser l'eau entraînée avec les gaz, et de la ramener dans le collecteur N. — N. Collecteur cloisonné, forçant le mélange de gaz et de vapeurs à passer successivement dans chacun des tubes *m, m, m*, etc. du séparateur, et de récolter l'eau condensée, pour la renvoyer par T dans la chaudière A. — *n, n'*. Limites entre lesquelles on peut varier le niveau du liquide dans la chaudière C. — R, R. Robinets permettant de faire écouler le contenu de C dans D, et celui de D au dehors. — S. Robinet de sortie du lait de chaux. — Tuyau d'arrivée des eaux mères, de la préparation de la soude. —  $T_1$ - $T_2$  Tuyau d'introduction des eaux mères successivement dans A et dans B. — T. Alimentation de la chaudière C par le liquide de B. — V. Robinet de vapeur de chauffe, de tout l'appareil. — Z. Départ d'ammoniaque et de carbonate d'ammoniaque se rendant dans la saumure

et de les battre. Le remontage des appareils ne présente aucune difficulté, et est très rapide; leur marche est aussi des plus simples.

Les eaux mères de la préparation de la soude sont introduites d'une façon continue au moyen du tuyau plongeur T, alimenté par un réservoir à niveau constant. Elles passent de la caisse N dans la chaudière A, par un trop-plein T<sub>1</sub>, puis dans la chaudière B par T<sub>2</sub>.

Le liquide occupant le niveau  $n$  dans la chaudière C, on introduit par le tuyau K un lait de chaux très épais, préparé d'avance, dans une cuve à agitateurs O, de façon qu'il contienne une quantité de chaux plus que suffisante pour décomposer tout le chlorhydrate d'ammoniaque du liquide que contient la chaudière C, entre les niveaux  $n$  et  $n'$ .

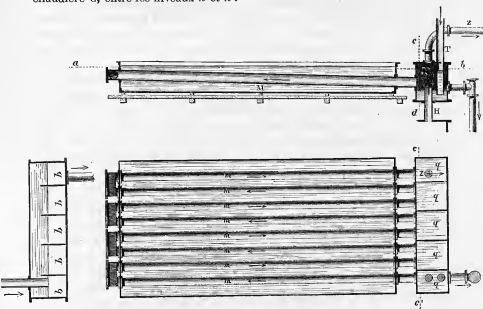


Fig. 52. — Plan suivant A B; et Coupes du séparateur, et du collecteur suivant CD.

H. — Tuyau amenant les vapeurs dans le 1<sup>er</sup> compartiment du collecteur N.

m, m. — Tuyaux condenseurs, dans lesquels circule le mélange de gaz et de vapeurs.

N. — Collecteur dirigeant la marche du mélange gazeux, et recevant les liquides condensés dans le séparateur.

q, q. — Compartiments formés par les cloisons verticales plongeant dans le liquide condensé.

T. — Tuyau d'arrivée des liquides à traiter.

Z. — Départ de l'ammoniaque et du carbonate d'ammoniaque.

Les eaux mères affluant peu à peu par le tuyau  $t$ , et d'une façon continue, se décomposent graduellement par l'action de la chaux en excès, sans que l'on ait à craindre de projections, ni de secousses résultant de la trop brusque décomposition d'une grande quantité de liquide.

Les eaux mères finissent par atteindre le niveau  $n'$  dans l'appareil; à ce moment on fait écouler par le robinet R<sub>1</sub> les liquides de la chaudière D, qui sont épuisés complètement en ammoniaque, et on vide aussitôt après, par le robi-

net R le contenu de la chaudière C, de façon à abaisser le niveau de  $n'$  en  $n$  seulement.

On introduit alors une nouvelle quantité de chaux dans C, et on continue l'opération comme il a été dit plus haut; l'alimentation se faisant d'une façon continue, et la vidange par intermittences.

La vapeur est introduite dans l'appareil en un seul point, et est réglée par le robinet V. Elle chasse d'abord les dernières traces d'ammoniaque du liquide de la chaudière D; le mélange d'ammoniaque et de vapeur d'eau est amené dans C par le tuyau E; puis dans B par le tuyau F; dans A par le tuyau G, et enfin dans N par H.

En ce dernier point, les vapeurs sont formées surtout d'ammoniaque et d'acide carbonique, mais de fort peu de vapeur d'eau; elles parcourent les divers tuyaux  $m$ ,  $m'$ , etc. du séparateur M, fig. 52, où la vapeur d'eau est condensée.

Les tuyaux de ce séparateur sont refroidis par un courant d'eau froide, ou mieux par les eaux mères à distiller.

Les produits, condensés dans les tubes, sont très riches en ammoniaque; ils s'écoulent naturellement dans le collecteur N, qui est muni de cloisons verticales, comme le montre la figure représentant en plan le séparateur. Ces cloisons  $q$ ,  $q'$ ,  $q''$ , etc., ne plongent que d'une certaine quantité dans le liquide, afin de permettre aux produits condensés de s'écouler vers  $T_1$ , tout en forçant les gaz à parcourir successivement toute la série des tuyaux  $m$ , comme l'indiquent les flèches du dessin.

L'ammoniaque et l'acide carbonique qui sortent du dernier compartiment du collecteur, se rendent par le tuyau  $z$  dans un réservoir renfermant de l'eau salée, où ils se condensent pour fournir la saumure ammoniacale, qui doit produire le bicarbonate de soude par carbonatation dans des appareils spéciaux.

Un appareil comme celui que nous venons de décrire, dont les chaudières à chaux C et D ont 2 mètres de diamètre, et la première 2 mètres de hauteur de calandre, peut épuiser par 24 heures environ 40 mètres cubes d'eaux mères, dont la richesse est de 9 pour 100 en ammoniaque réelle.



# TABLE DES MATIÈRES

## CHAPITRE I<sup>er</sup>

GÉNÉRALITÉS . . . . .	1
§ 1. Sources diverses d'ammoniaque . . . . .	1
§ 2. De l'urine humaine au point de vue de la production de l'ammoniaque. . . . .	4

## CHAPITRE II

EXTRACTION DES PRODUITS AMMONIACAUX DES EAUX VANNES. . . . .	7
§ 1. <b>Traitement préliminaire des vidanges dans les dépotoires.</b> . . . .	7
1° Généralités . . . . .	7
2° Procédés de M. Lencauchez . . . . .	8
3° Procédé de M. Bilange. . . . .	11
4° Procédé de M. H. Kuentz. . . . .	15
§ 2. <b>Traitement des eaux vannes claires pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque.</b> . . . .	14
1° Procédé et appareil Figuera . . . . .	14
2° Appareil de MM. Margueritte et de Sourdeval. . . . .	15
3° Appareil de M. Lair . . . . .	19
4° Appareil de MM. Sintier et Muhé . . . . .	25
5° Appareil de M. Bilange . . . . .	27
6° Procédé de M. H. Kuentz . . . . .	28
7° Procédé et appareil de MM. Hennebutte et de Vauréal . . . . .	29
§ 3. <b>Traitement des eaux vannes troubles et du tout-venant.</b> . . . .	52
1° Appareil de M. Chevalet . . . . .	52
2° Appareil de M. Paul Mallet, à calottes tournantes portant agitateurs. . . . .	55
5° Appareil de M. Lencauchez . . . . .	58

## CHAPITRE III

EXTRACTION DES PRODUITS AMMONIACAUX DES EAUX DU GAZ. . . . .	45
§ 1. <b>Décantation des eaux ammoniacales</b> . . . . .	45
§ 2. <b>Fabrication du sulfate d'ammoniaque.</b> . . . .	46
1° Appareil A. Mallet . . . . .	46



2° Appareil A. Mallet, modifié. . . . .	54
3° Appareil de M. Paul Mallet. . . . .	55
4° Appareils de M. Chevalet. . . . .	57
5° Appareil de M. Grüneberg . . . . .	60
<b>§ 3. Concentration des eaux ammoniacales. . . . .</b>	<b>63</b>
1° Appareil de M. E. Solvay. . . . .	63
2° Appareil de M. Kuentz. . . . .	67
3° Appareil de M. Grünberg . . . . .	69

## CHAPITRE IV

<b>FABRICATION DES PRODUITS AMMONIACAUX AU MOYEN DES OS, DES DÉCHETS AZOTÉS, DES VINASSES DE BETTERAVES, ET DE LA TOURBE . . . . .</b>	<b>72</b>
<b>§ 1. Au moyen des os . . . . .</b>	<b>72</b>
<b>§ 2. Au moyen des déchets azotés . . . . .</b>	<b>74</b>
<b>§ 3. Au moyen des vinasses de betteraves. . . . .</b>	<b>75</b>
<b>§ 4. Au moyen de la tourbe. . . . .</b>	<b>76</b>
1° Généralités. . . . .	76
2° Traitement des eaux ammoniacales . . . . .	83

## CHAPITRE V

<b>FABRICATION DE L'ALCALI VOLATIL, DU CHLORHYDRATE, DU PHOSPHATE ET DU CARBONATE D'AMMONIAQUE. . . . .</b>	<b>86</b>
<b>§ 1. Fabrication de l'alcali volatil ambré et blanc. . . . .</b>	<b>86</b>
1° Fabrication ancienne. . . . .	86
2° Alcali ambré. . . . .	86
3° Alcali blanc, par les eaux du gaz, et par les eaux vannes . . . . .	86
<b>§ 2. Fabrication du chlorhydrate d'ammoniaque. . . . .</b>	<b>93</b>
1° Par les eaux vannes. — Procédé de la compagnie Lesage. — Procédé Kuentz. . . . .	95
2° Par les eaux du gaz. — Procédé anglais. — Procédé Kuentz. — Procédé ancien. . . . .	93
3° Par les eaux provenant de la distillation sèche des matières animales. . . . .	99
4° Par le sulfate d'ammoniaque . . . . .	100
5° Sublimation. — Procédé anglais. — Procédé ancien. . . . .	101
<b>§ 3. Phosphates d'ammoniaque. . . . .</b>	<b>104</b>
<b>§ 4. Carbonates d'ammoniaque. . . . .</b>	<b>106</b>
1° Généralités . . . . .	106
2° Sesquicarbonate, sa préparation au moyen des matières animales . . . . .	107
3° Procédé direct de préparation . . . . .	107
4° Procédé anglais . . . . .	108
5° Sublimation du carbonate brut. . . . .	108
6° Usage du sesquicarbonate d'ammoniaque. . . . .	109

## CHAPITRE VI

RÉCUPÉRATION DE L'AMMONIAQUE, DES EAUX RÉSIDUAIRES DE LA FABRICATION DE LA SOUDE PAR LE PROCÉDÉ DIT « A L'AMMONIAQUE » . . . . .	110
1. Généralités sur la fabrication de la soude indiquant la nature des eaux résiduaires. . . . .	110
2. Appareil de MM. Schlœsing et Rolland . . . . .	111
3. Appareil de la Société anonyme des produits chimiques de l'Est . . . . .	114

